Influence des propriétés optiques et de l'endommagement de barrières thermiques EB-PVD pour la mesure d'adhérence par choc laser LASAT-2D

Grégory Fabre

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY

MINES ParisTech

École doctorale n°432 : Science des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité « Sciences et Génie des Matériaux »

Présentée et soutenue publiquement par

Grégory FABRE

le 09 décembre 2013

Influence des propriétés optiques et de l'endommagement de barrières thermiques EB-PVD pour la mesure d'adhérence par choc laser LASAT-2D

Directeur de thèse : **Vincent GUIPONT**
Co-directeur de thèse : **Michel JEANDIN**

Jury :

M. Franck ENGUEHARD, Professeur, EM2C - École Centrale Paris	Président
Mme Ghislaine BERTRAND, Professeur, CIRIMAT - ENSIACET	Rapporteur
M. Hervé TRUMEL, Chercheur HDR, CEA - DAM Le Ripault	Rapporteur
M. François LEPOUTRE, Professeur, CNAM Paris	Examinateur
M. Patrice PEYRE, Directeur de Recherche, PIMM - Arts et Métiers ParisTech	Examinateur
Mme Annie PASQUET, Ingénieur, SNECMA - Groupe SAFRAN	Examinateur
M. Vincent GUIPONT, Chercheur HDR, CdM - Mines ParisTech	Directeur de thèse
M. Michel JEANDIN, Directeur de Recherche, CdM - Mines ParisTech	Directeur de thèse

T H È S E

MINES ParisTech
Centre des Matériaux - UMR CNRS 7633
B.P. 87 91003 Evry Cedex

Remerciements

Il paraît paradoxal que cette partie, qui a été la dernière rédigée, se retrouve en première place dans le manuscrit. Cependant, cette thèse a été riche de collaborations dans des domaines scientifiques variés et il est donc important de remercier les personnes qui ont apporté leurs connaissances durant ces longues années.

Mes premiers remerciements vont aux rapporteurs, Ghislaine Bertrand et Hervé Trumel, qui ont accepté de lire et de juger mes travaux. Leurs expériences, respectivement dans les revêtements et dans les ondes de choc, ont apporté des échanges enrichissants. Je veux aussi remercier Franck Enguehard, président du jury, qui a apporté lors de nombreux échanges téléphoniques pendant ma thèse, ses connaissances en optique sur les questions de la tache blanche. Ma reconnaissance va de même vers François Lepoutre, avec qui nous avons eu de riches discussions sur les barrières thermiques. L'essai LASAT et la piézospectroscopie laissent entrevoir de belles perspectives dans des essais couplés. Toujours dans les membres du jury, je remercie Patrice Peyre qui m'a fait l'honneur de participer, d'apporter ses questions et de représenter le PIMM de l'ENSAM.

Je tiens maintenant à souligner ma reconnaissance très appuyée à Annie Pasquet qui a été présente du début jusqu'à la fin de ces travaux. J'ai eu la chance de travailler sous sa responsabilité chez SNECMA dans le cadre de cette thèse CIFRE.

Enfin, pour clore les membres du jury, je remercie mes directeurs de thèse. Le premier, Michel Jeandin, qui m'a recruté et m'a donné le ballon du LASAT sur les barrières thermiques pour que je m'en amuse à ma guise. Ensuite Vincent Guipont qui a pris le relais, m'a permis de me remettre en question et de me poser de nouvelles questions. Même si nous avions de temps en temps des opinions différentes, nos nombreuses discussions ont été riches et sont à la source de ce manuscrit de thèse. Merci beaucoup Vincent.

Ces travaux ont été financés dans le cadre d'une thèse CIFRE avec SNECMA. J'ai eu la chance d'y côtoyer de nombreuses personnes. En plus d'Annie, déjà citée ci-dessus, je remercie Sarah, André, Jean-Yves, Pascal, Jean-Michel, Anthoine, Jean-François, Geoffrey et d'autres.

Cette thèse a permis de nombreuses collaborations, certaines pendant juste une ou deux journées. Mais ces personnes qui sont intervenues ont tout de même apporté de

riches éléments. Je veux ici remercier Mady Elias de l'INSP, et Jean Penicaut et Pascal Cotte de Lumiere Technology.

Le LASAT est le résultat de la collaboration de plusieurs laboratoires en plus du Centre des Matériaux. Ces équipes de recherche apportent chacune leur domaine d'expérience. Je souhaite donc remercier fortement ces deux laboratoires, le PIMM de l'ENSAM et le LCD de l'ENSMA. Ils ont apporté tout au long de la thèse leur soutien. Merci à Michel, Laurent, Jean-Paul et Elise.

L'essentiel des travaux ont été réalisés au Centre des Matériaux, donc la partie suivante va se diriger vers les membres de ce laboratoire dans lequel je garde d'excellents souvenirs. Cette étude a eu lieu au sein de l'équipe C2P, Centre de Compétence en Procédés de Projection, sous la responsabilité de Vincent Guipont et Michel Jeandin. Je remercie très sincèrement les deux techniciens, Nicole et François. Merci pour toute votre aide technique, votre support dans les périodes chargées et votre présence humaine. J'ai aussi eu la chance de côtoyer de nombreux thésards dans cette équipe, comme Nicolas, Dimitris, Gilles, Serge, Cédric, Gilen, Laure-Line, Caroline, Yassine, Geoffrey, Quentin, Francesco, ...

Toujours au Centre des Matériaux, je veux remercier tous les membres qui apportent en permanence leur soutien aux doctorants, comme les techniciens, l'équipe de l'atelier et les chercheurs de toutes les équipes. Je souligne l'aide particulière de Daniel Pachoutinsky et de Franck N'Guyen que j'ai harcelés sur les sujets de DRX ou d'analyse d'image.

Une thèse n'est pas faite seulement de discussions techniques, il y a aussi de nombreuses relations amicales et de bons moments de détente entre doctorants comme avec, en plus des personnes déjà citées, Choupinet, Lingtao, Pef, Florine, Thomas, Aurélie, Georges, Meriadeg, Mélanie, Fifou, HA, Arthur, Olivier, Manu, ...

Il y a aussi toutes les personnes qui n'ont pas été présentes dans l'environnement de la thèse mais qui m'ont permis de passer de bons moments et de me changer les idées. Un coucou aux petits Ensiliens : Oiana, Emilie, Audrey, Coralie, Johanne, Thibaut, Polo, Guillaume, Jerem, J-P, Alex et Franck.

Enfin, un grand merci à toute ma famille, mes parents, mes frères, mes belles-sœurs, mes nièces et Lætitia pour leurs supports et encouragements dans les moments difficiles de la rédaction.

Table des matières

Introduction générale

L'utilisation des barrières thermiques dans les turbines aéronautiques permet d'accroître les températures de fonctionnement et les durées de vie des pièces des moteurs. Leur composition et leur structure ont deux principaux objectifs : la protection, par une sous-couche alumino-formeuse, des pièces métalliques vis-à-vis de l'oxydation ; et la réduction de la température des pièces, via une couche de zircone ZrO_2 stabilisée à l'Yttrine Y_2O_3. Ces revêtements sont devenus incontournables dans les parties chaudes, en particulier sur les aubes de turbine haute pression des moteurs aéronautiques. Cependant, la durée de vie des systèmes barrières thermiques est limitée. En effet, les conditions extrêmes que subissent ces pièces entraînent tôt ou tard la ruine du revêtement et donc la mise à nu des substrats métalliques. Dans ce contexte, de nombreuses études recherchent l'augmentation de la durée de vie de ces dépôts, afin d'augmenter les temps de service. Il est alors essentiel de pouvoir estimer la tenue d'une barrière thermique. Jusqu'à présent, le cyclage thermique est l'essai de référence pour les revêtements aéronautiques obtenus par EB-PVD. Il simule les cycles de température que subissent les pièces dans la turbine. Au bout d'un nombre de cycles, le revêtement s'écaille. Cette information permet alors d'estimer une durée de vie du dépôt dans le moteur. Cependant, l'écaillage intervient au bout de centaines voire de milliers d'heures. Cet essai de vieillissement thermique ne fournit donc pas une réactivité suffisante pour corriger des dérives de la production. Pour cela, les industriels s'intéressent à de nouvelles méthodes rapides qui renseignent sur la qualité des interfaces de leurs systèmes barrières thermiques.

L'essai d'adhérence par choc laser (LASAT [1] : LAser Shock Adhesion Test) est une méthode intéressante par sa rapidité de mise en œuvre. Une impulsion laser est focalisée sur la surface du substrat, à l'opposé de la face revêtue. Une onde de choc en compression se forme et se propage dans le substrat et ensuite le dépôt, et atteint la surface de ce dernier. La poche de compression incidente se réfléchit en une onde de traction qui effectue le parcours inverse et traverse alors l'interface dépôt/substrat. En fonction de l'intensité de la traction appliquée, le revêtement peut être décollé. La maîtrise du choc laser généré et la connaissance du parcours de l'onde de choc permettent alors de déterminer la contrainte qui a été nécessaire pour rompre l'interface. La méthode conventionnelle consiste alors à augmenter choc après choc l'énergie laser appliquée et à rechercher si l'interface a rompu. La plus faible énergie pour fissurer l'interface est appelée le "seuil LASAT". Cependant, il faut pouvoir vérifier après l'essai la présence ou non d'une fissure interfaciale. Pour cela, plusieurs méthodes existent comme par exemple l'interférométrie Laser Doppler (VISAR) durant l'essai ou les coupes métallographiques après essai. Ces deux méthodes sont lourdes à mettre en œuvre. Pour certains revêtements en céramique, par exemple de l'alumine ou de l'hydroxyapatite obtenues par projection plasma, les propriétés optiques du dépôt permettent de visualiser directement la présence d'une fissure à l'interface. En effet, pour ces revêtements, la formation d'une décohésion à l'interface substrat/dépôt génère une

1. Marque et logo déposés

augmentation de la blancheur de la couche céramique. Ainsi, par simple observation à l'œil du revêtement il est possible de connaître l'état, fissuré ou non, de l'interface après choc laser. Au cours d'une étude postdoctorale de S. Barradas en collaboration avec les laboratoires LCD de l'ENSMA et PIMM de l'ENSAM, il a été observé que ce même comportement optique pouvait se produire dans certains cas de revêtements barrières thermiques.

La possibilité d'observer directement la présence d'une fissure interfaciale dans les barrières thermiques est un atout pour l'exploitation de l'essai LASAT. Le contrôle après choc est facilité et immédiat. En plus, il est alors possible de mesurer la surface fissurée. Par la taille de la fissure, une nouvelle approche de l'essai LASAT, appelée LASAT-2D, est mise en place ici, considérant maintenant le choc laser dans une configuration bidimensionnelle. Le lien entre la taille de la fissure et l'adhérence du dépôt permet d'envisager la mise en place d'un essai d'adhérence par choc laser à partir d'un seul choc pour avoir l'adhérence du revêtement. Aussi, le comportement optique particulier de la zircone ouvre une voie pour la mise en place de l'essai sur pièces industrielles, avec le contrôle visuel de l'intégrité de la zircone après un choc qui permettrait de valider un niveau minimal d'adhérence désiré. La perspective d'un contrôle non destructif de l'adhérence se présente.

Ces perspectives ont motivé l'industriel SNECMA à approfondir les recherches sur la possibilité d'industrialiser l'essai LASAT sur ses barrières thermiques déposées par EB-PVD. Ces travaux ont été réalisés dans le cadre d'une thèse CIFRE débutée fin 2008, entre SNECMA et le Centre des Matériaux de l'école des Mines-ParisTech. Les études ont été organisées autour de trois axes :

- La caractérisation des couches et de leurs endommagements induits par LASAT et par cyclage thermique
- La recherche et le dimensionnement non destructifs des décohésions interfaciales
- La mise en place, la simulation et l'exploitation de la mesure d'adhérence par LASAT-2D

La démarche de ce manuscrit suit ces différentes étapes. Le chapitre 1 présente les éléments bibliographiques nécessaires pour comprendre le contexte de l'étude. Il détaille les compositions et les microstructures des barrières thermiques ainsi que les principaux endommagements dont elles sont victimes. La problématique de l'adhérence et de sa mesure est ensuite évoquée. Les essais conventionnels sont présentés et le LASAT y est détaillé. Cette thèse s'appuie sur la caractérisation des endommagements par méthodes destructives et non destructives. Les principales techniques rencontrées dans la bibliographie et utilisées pour les barrières thermiques sont aussi exposées.

Le chapitre 2 fournit les détails sur l'élaboration des barrières thermiques de l'étude

et sur l'équipement et la méthodologie LASAT. Les différentes techniques et matériels de caractérisation sont aussi décrits.

Le chapitre 3 est consacré à la couche de zircone des barrières thermiques EB-PVD utilisées pendant cette thèse. Les microstructures colonnaires produites, toutes par EB-PVD, sont ici comparées et classifiées. Leur comportement optique est abordé dans le cadre de dépôts non endommagés.

Après cet examen de la zircone, le chapitre 4 caractérise les différentes interfaces élaborées, leur évolution jusqu'à l'écaillage par cyclage thermique et leur endommagement par LASAT. Cette partie permet de comprendre et de comparer l'ensemble des mécanismes responsables de la rupture des systèmes barrières thermiques. La connaissance approfondie des microstructures, des interfaces et des endommagements présentés dans les chapitres 3 et 4 permet ensuite de se concentrer sur la recherche en contrôle non destructif des fissures.

Dans le cinquième chapitre, l'origine optique de la tache blanche est détaillée et des méthodes sont présentées afin d'en améliorer le dimensionnement et aussi de comparer sa taille avec le diamètre de la fissure réelle. La piézospectroscopie et la profilométrie sont aussi utilisées pour détecter les fissures interfaciales à partir de la relaxation des contraintes soit dans l'alumine, soit dans la zircone. Il est ici mis en place plusieurs outils et méthodes non destructifs permettant de mesurer le diamètre de la fissure formée par LASAT-2D. Ce dimensionnement pose ensuite la question de la variation de la taille de la fissure.

Le chapitre 6 présente et démontre, par une approche numérique, l'évolution de la taille de la décohésion en fonction des conditions d'essai et aussi en fonction de l'adhérence du revêtement. Il en découle des abaques permettant d'estimer quantitativement la tenue mécanique d'un revêtement pour des conditions de choc fixées.

Afin de valider ces relations entre les conditions de choc, l'adhérence, et la taille de la fissure, le chapitre 7 se consacre à la mise en place de l'essai LASAT sur différentes préparations de barrières thermiques. Les rôles de la microstructure de la zircone et de la préparation de surface de la sous-couche sont particulièrement étudiés. Les résultats obtenus par LASAT-2D sont ensuite comparés aux durées de vie en cyclage thermique de ces mêmes revêtements.

Pour finir et ouvrir sur la perspective d'industrialisation de l'essai LASAT-2D, le chapitre 8 détermine dans un premier temps les incertitudes de la procédure de mesure d'adhérence mise en place. Après ces résultats, il est présenté la possibilité d'utiliser le LASAT-2D pour la mesure de l'adhérence d'un lot de pièces de production via des éprouvettes témoins. La perspective de la mise en place d'un contrôle non destructif de l'adhérence est vérifiée par cyclage thermique après LASAT. Enfin, un essai innovant est mis en place pour l'application des résultats de cette thèse, le LASAT-2D, sur aubes ou distributeurs revêtus de barrière thermique EB-PVD.

Chapitre 1

Éléments bibliographiques

Sommaire

Introduction

Les barrières thermiques sont utilisées depuis une trentaine d'années pour protéger les pièces des parties chaudes des turbines. Les recherches sont nombreuses pour augmenter les performances thermiques de ces revêtements et aussi pour accroître leur durée de vie. Ainsi, la bibliographie est riche en études sur de nouvelles compositions pour les différentes couches et sur la compréhension de leur dégradation. Chaque industriel a alors sélectionné et élaboré ses propres systèmes barrières thermiques. Il en est de même pour la mesure de leur adhérence, de leur durée de vie et pour la détection des décohésions interfaciales. Ces sujets stratégiques permettent de contrôler la production et de prédire l'écaillage d'un revêtement en fonctionnement.

Ce chapitre présente dans une première partie, les principales caractéristiques des barrières thermiques issues de la bibliographie. Les mécanismes majeurs d'endommagement sont aussi indiqués dans le but d'appréhender mieux ceux obtenus par choc laser. La connaissance des couches céramiques alumine et zircone (élaboration, microstructure) sont mis en avant, notamment la structure colonnaire par EB-PVD. Cette dernière est importante pour mieux comprendre les propriétés optiques du système barrière thermique.

La notion d'adhérence et sa mesure seront employées sur l'ensemble de ce manuscrit. La deuxième partie reprend alors les généralités sur la résistance mécanique d'une interface et les principaux essais d'adhérence appliqués aux barrières thermiques. Il s'agit ensuite d'introduire l'essai dynamique LASAT dans le contexte des essais statiques existants. L'essai LASAT "historique" est largement décrit dans ce chapitre dans le cas de la propagation des ondes de choc dans une seule direction. Cette description du cas monodimensionnel permet de mieux introduire l'approche bidimensionnelle dédiée à la mesure de l'adhérence par le nouvel essai LASAT-2D. Cette approche est développée surtout par les équipes françaises spécialistes du choc dont le Centre des Matériaux dans les cas des barrières thermiques EB-PVD et autres dépôts céramiques par projection plasma.

Comme l'approche bidimensionnelle est le fondement de l'essai LASAT-2D, la détection et la mesure d'une fissure interfaciale constituent la troisième partie. Les méthodes non destructives existantes sur les barrières thermiques EB-PVD, pour la recherche et le dimensionnement des fissures, sont présentées.

1.1 Les systèmes barrières thermiques aéronautiques

1.1.1 Contexte et objectifs des revêtements barrières thermiques

Les développements dans les turbines aéronautiques et terrestres cherchent l'augmentation des rendements et des performances. Pour les améliorer, les pertes de puissance

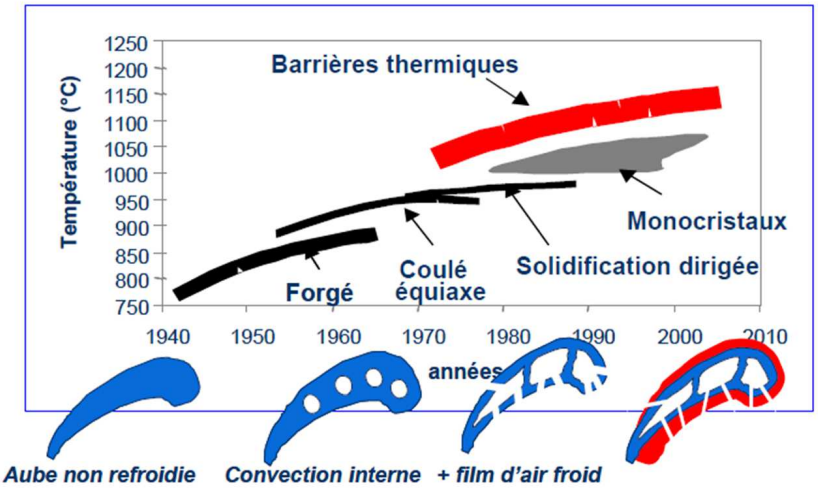


Figure 1.1 – Gains en température et évolutions technologiques sur aubes de turbine [REV10]

sont minimisées par des abradables qui réduisent la friction et les fuites entre les parties mobiles et les parties fixes. La géométrie des pièces évolue pour en augmenter l'efficacité aérodynamique et aussi gagner en poids sur l'ensemble du moteur. Les performances sont aussi accentuées par l'augmentation de la température au cœur de la turbine. Ainsi, ces dernières décennies de nombreux travaux ont permis de gagner sur les températures maximales d'utilisation des pièces métalliques. Cependant, les gains des futures évolutions des superalliages seront faibles.

Afin d'accroitre encore la température de fonctionnement des turbines, une autre stratégie consiste à refroidir les pièces critiques, soit par la circulation d'air frais via des conduits internes, soit par la génération d'un film d'air en surface des pièces, soit encore par des barrières thermiques. Cette dernière technologie a permis un gain de l'ordre de $100 - 150°C$ (Fig. 1.1). Les revêtements barrières thermiques permettent aussi de réduire l'oxydation des superalliages et donc augmentent leur durée de vie. En effet, la réduction de la température des pièces limite la cinétique d'oxydation. La barrière thermique est aussi composée d'une sous-couche, dont le rôle est de favoriser l'accroche de la couche supérieure et de limiter la diffusion des ions d'oxygène vers le cœur de la pièce.

1.1.2 Composition d'un système barrière thermique

Les revêtements barrières thermiques sont des systèmes multicouches dans lesquels quatre composants distincts assurent des fonctions différentes et complémentaires. Il s'agit du superalliage, de la sous-couche, de la couche native d'alumine et de la zircone. Suivant les secteurs (turbines terrestres ou turbines aéronautiques), les pièces concernées fixes (distributeurs), mobiles (aubes), chambres de combustion, et les constructeurs, les matériaux et procédés d'élaboration choisis diffèrent. Les parties suivantes présentent de

manière générale, les principales caractéristiques des matériaux qui constituent ces quatre couches.

1.1.2.1 Le superalliage

La structure et la géométrie des pièces sont assurées par le superalliage. Les procédés d'élaboration et la composition des alliages sont deux facteurs qui ont mené à une augmentation considérable des températures de fonctionnement des aubes.

La microstructure a évolué du superalliage aux grains équiaxes, vers les grains colonnaires et enfin les monocristaux (Fig. 1.2). La suppression des joints de grains, la maitrise de l'orientation du cristal et l'homogénéisation de la microstructure augmentent la résistance au fluage et à la fatigue thermique à haute température [MAR06]. Ainsi, la solidification dirigée a permis dans les années 1960 de générer des aubes composées de grains avec une orientation maitrisée dans la direction du pied vers le sommet des aubes. Dans un second temps (années 1970), l'élaboration de monocristaux a été autorisée par un système de sélecteur après lequel la solidification dirigée ne laisse croitre qu'un seul cristal qui forme la pièce. Ensuite plusieurs traitements thermiques sont réalisés afin d'optimiser les dimensions des précipités au sein de la matrice du superalliage. La géométrie complexe des aubes et des distributeurs, en particuliers avec les refroidissements internes et les trous, est obtenue par le procédé de fonderie à la cire perdue.

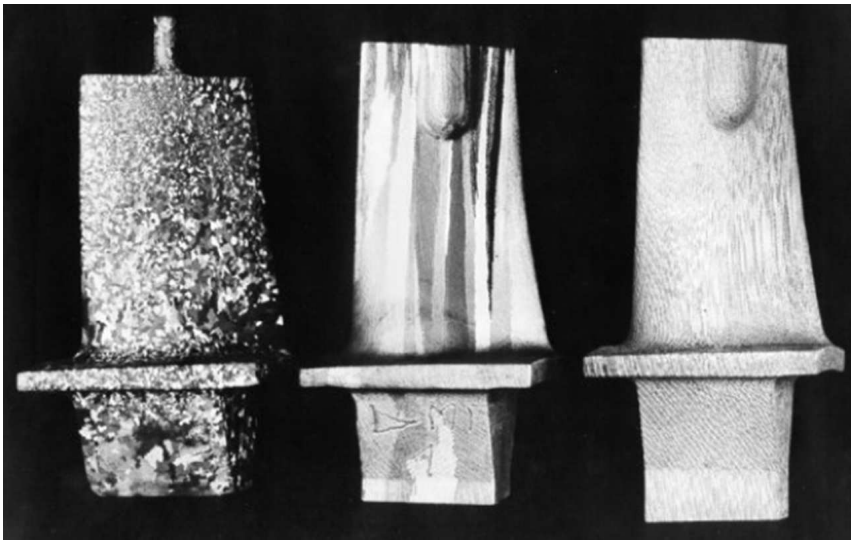


Figure 1.2 – Aubes en superalliage base nickel. Microstructures de gauche à droite : équiaxes, colonnaire, monocristalline [MAR06]

En parallèle de ces travaux, des évolutions ont été apportées aux compositions chimiques des superalliages afin d'augmenter leurs performances aux hautes températures et de limiter leur densité [CK99] (Fig. 1.3). La première génération de superalliage est apparue dans les années 1980. L'AM1, encore utilisé par SNECMA, en fait partie et est

le fruit d'une coopération entre SNECMA, l'ONERA, ARMINES et IMPHY. L'AM3 de l'ONERA, les CMSX-2 /-3 /-6 de Cannon Muskegon Corporation, le René N4 de General Electric et le PWA 1480 de Pratt & Whitney, sont aussi des superalliages qui appartiennent à la première génération [MAR06] [CK99]. Initialement, ce sont les américains qui ont développé des superalliages optimisés pour les pièces monocristallines [CAR05]. SNECMA a ensuite cherché à se démarquer avec l'AM1. L'AM3 est un superalliage proche de l'AM1 mais avec une densité plus faible.

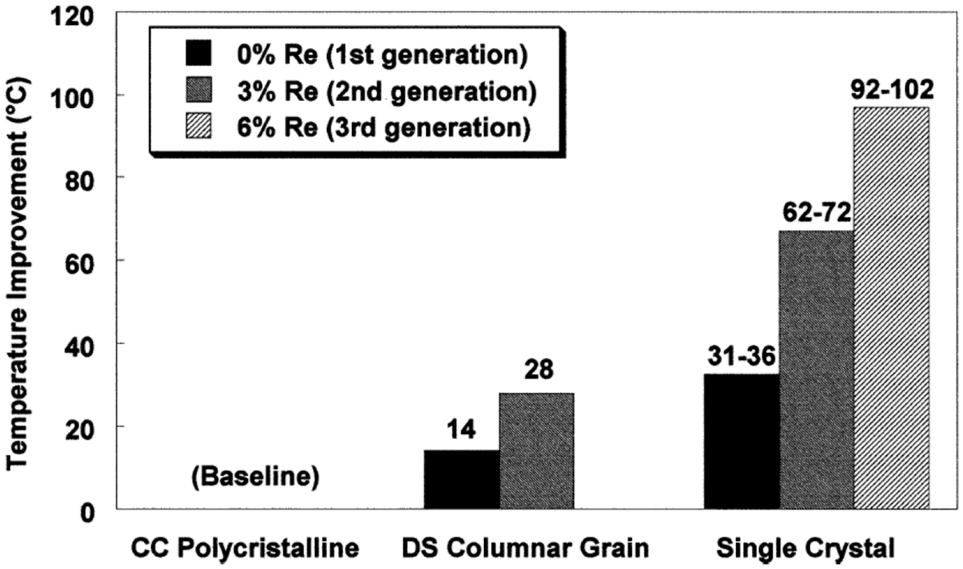


Figure 1.3 – Estimation des gains en température apportés par la solidification dirigée et les différentes générations d'alliages [CK99]

La deuxième génération (René N5, PWA1484, CMSX-4 en particulier) se distingue par l'ajout de rhénium, à hauteur de 3% en masse. Cet élément permet d'augmenter l'écart paramétrique entre les phases γ et γ' et améliore la résistance au fluage et à la fatigue à haute température [MAR06].

La troisième génération (René N6 et CMSX-10 par exemple) est basée sur le même principe mais avec des teneurs de Rhénium de l'ordre de 6% en masse. Cependant, ces ajouts influent sur d'autres caractéristiques comme le coût, la densité et la fragilisation de la phase γ. L'utilisation de cette troisième génération a donc été limitée.

La dernière génération, la quatrième, avec par exemple le MX4, l'EPM102 (General Electric, Pratt & Whitney et la NASA) et le MC-NG de l'ONERA comportent du ruthénium et de l'iridium. Ces éléments évitent la formation de précipités fragiles d'intermétalliques dans la phase γ et donnent des superalliages plus légers et plus stables que ceux de la troisième génération [MAR06].

Ces dernières années, l'effet de la composition du superalliage sur la durée de vie d'une barrière thermique commence à être pris en compte. Même si la sous-couche recouvre le superalliage, les éléments de ce dernier migrent et influent de façon très significative sur

l'évolution des couches du revêtement et donc sur sa durée de vie [WKHR08] [PHZ10] [WR08] [HPZW07].

1.1.2.2 La sous-couche

Le rôle de la sous-couche est double. Elle génère une liaison entre la zircone et le superalliage, et sert aussi de barrière de diffusion pour limiter l'oxydation du superalliage.

La sous-couche doit permettre la formation à sa surface d'une couche d'oxyde, généralement de l'alumine qui protège le superalliage des gaz de combustion. Elle est donc un revêtement aluminoformeur car elle favorise la croissance d'alumine à sa surface pour stopper la diffusion des ions d'oxygène vers les parties métalliques. Sa composition a pour rôle de servir de réservoir en aluminium. La formation de la couche d'alumine doit produire un oxyde stable et dense pour permettre une croissance lente de l'alumine et réduire la formation de contraintes et de défauts autour de cette couche d'oxyde native. Elle doit aussi accommoder au maximum les contraintes thermomécaniques induites par les différences dilatométriques entre le superalliage métallique et la couche de surface en céramique. Ainsi, la sous-couche possède une composition particulière qui doit permettre le compromis entre réservoir en aluminium, stabilité des phases de la sous-couche, stabilité des phases de la couche d'alumine et une bonne tolérance mécanique. Certains éléments (exemple Pt, Hf ou Y) recherchent aussi à limiter la ségrégation d'autres éléments, comme le soufre [EMH+01], qui peuvent détériorer l'adhérence entre la sous-couche et l'alumine.

Deux grandes familles de sous-couches se distinguent : les aluminiures de nickel modifiés (comme les $(Ni,Pt)Al$) et les $MCrAlY$ (exemple des $NiCoCrAlY$) [EMH+01]. Cette dernière catégorie peut être appliquée par PVD, VPS, APS ou HVOF. Ces différents procédés fournissent des microstructures et des coûts de production très différents. L'application des sous-couches $(Ni,Pt)Al$ utilisées dans cette étude, est décrite dans le paragraphe 2.1.2.

1.1.2.3 La couche d'alumine

La couche d'alumine est initiée pendant le préchauffage avant l'étape de dépôt de la zircone par EB-PVD. Elle est alors inférieure à 1 μm d'épaisseur. La phase stable $\alpha - Al_2O_3$ est recherchée [ECL08] avec l'objectif que sa croissance soit la plus lente possible. Certains éléments, comme l'yttrium ou l'hafnium réduisent la croissance de la phase $\alpha - Al_2O_3$ et aussi favorisent l'adhérence entre la sous-couche et la couche d'alumine.

La croissance des grains $\alpha - Al_2O_3$ s'accompagne d'une augmentation des contraintes dans la couche d'alumine. À température ambiante, les contraintes de compression dans la couche d'alumine vieillie sont de l'ordre de quelques GPa en fonction du désaccord dilatométrique entre le superalliage et la couche de zircone. L'alumine doit aussi accom-

moder les déformations générées par la surface de la sous-couche avec les phénomènes de "rumpling" et de "ratcheting".

Sa croissance et son évolution sont fortement liées à la durée et aux températures des cycles thermiques appliqués.

1.1.2.4 La couche de zircone

En plus de la protection face à l'oxydation, le rôle d'un revêtement barrière thermique est de réduire la température que subit la pièce métallique. Dans ce but, la céramique communément utilisée est la zircone partiellement stabilisée à l'Yttrine (de 6 à 8 % massique). Celle-ci présente une faible conductivité thermique, de l'ordre de 2,5 $W.m^{-1}.K^{-1}$ qui peut encore être diminuée en fonction du procédé d'élaboration utilisé et donc de la microstructure obtenue (Fig. 1.4).

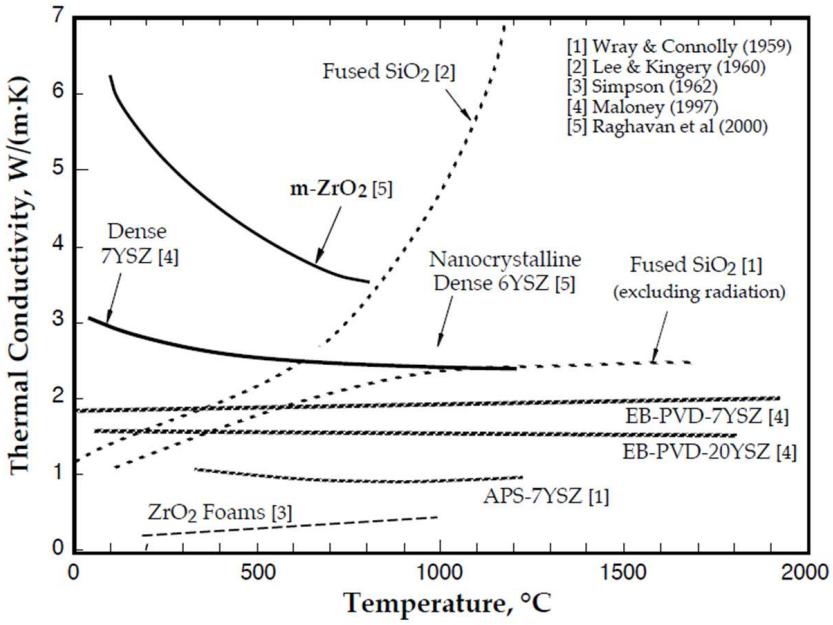


Figure 1.4 – Conductivité thermique de différentes formes de zircone [TER01]

De plus, son coefficient de dilation relativement élevé pour une céramique (Fig. 1.5) limite le désaccord dilatométrique avec le superalliage métallique et ainsi génère, aux basses températures, des contraintes de compression au sein du dépôt moins importantes que pour d'autres céramiques.

Le diagramme de phase (Fig. 1.6) montre les structures cristallographiques possibles pour la zircone faiblement yttriée. Pour une zircone pure, la phase cubique est présente au dessus de 2377° C, la phase tétragonale apparait jusqu'à 1205° C, et aux basses températures, la zircone est sous forme monoclinique. La transformation de la phase tétragonale à la phase monoclinique induit une variation de volume de l'ordre de 4 %. Afin d'éviter cette variation critique pour l'intégrité du dépôt qui est justement employé dans cette tranche

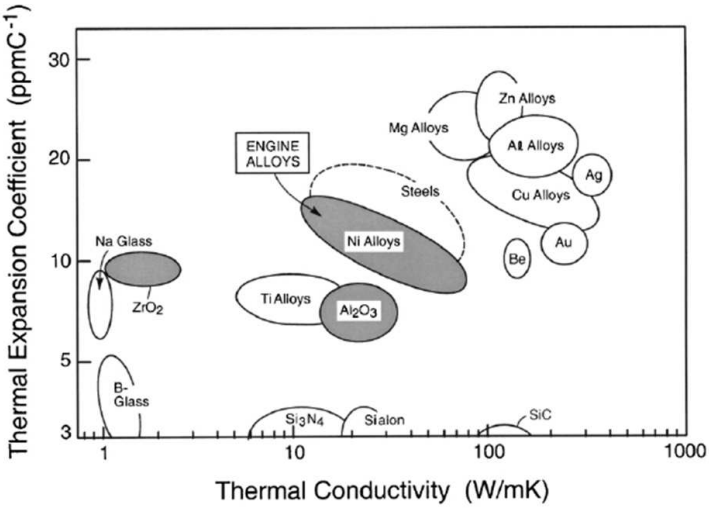


Figure 1.5 – Coefficient de dilatation et conductivité thermique de certains matériaux utilisés dans les barrières thermiques [EMH+01]

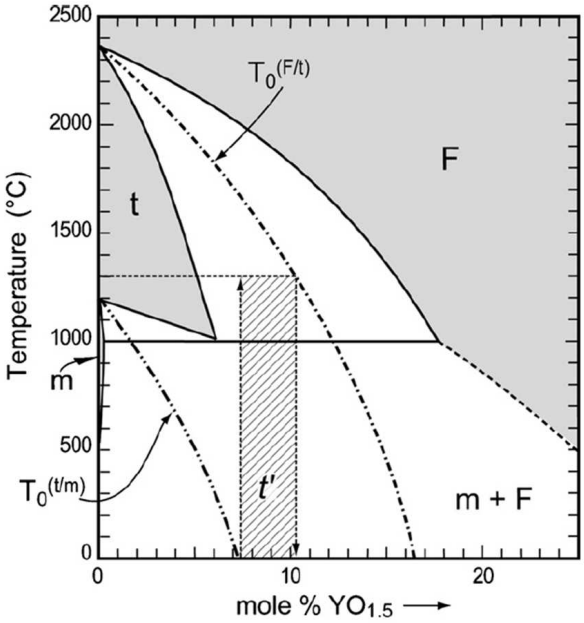
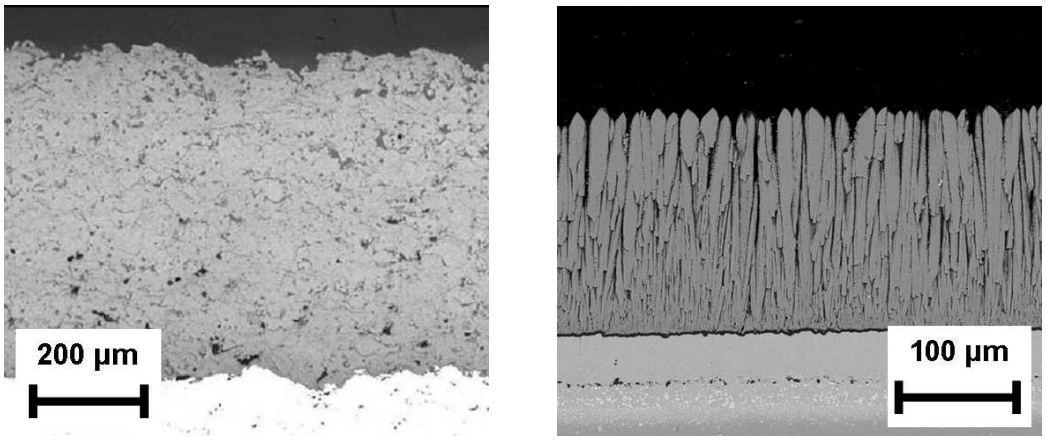


Figure 1.6 – Diagramme de phase $ZrO_2 - Y_2O_3$ mettant en évidence la zone dans laquelle la zircone tétragonale métastable t' est favorisée [ECL08]

de température, de l'yttrine est insérée. Une concentration de 6 à 8 % en poids, soit 7 à 9 % molaire, permet de se placer dans le domaine de la zircone tétragonale métastable t' dite "non transformable" car celle-ci présente une bonne résistance à la transformation vers la phase monoclinique.

L'objectif est donc d'élaborer des revêtements de zircone yttriée en restant entre les courbes $T_0(t/m)$ et $T_0(F/t)$, afin d'avoir le plus grand écart possible entre la température ambiante et la température de transformation de t' vers c. Les deux méthodes essentiellement utilisées pour l'application du revêtement de zircone sont la projection plasma et



(a) Dépôt élaboré par projection plasma [FKT+08]

(b) Dépôt élaboré par EB-PVD

Figure 1.7 – Principales microstructures utilisées dans les barrières thermiques

la technique EB-PVD.

Les dépôts réalisés par projection plasma sont peu coûteux et possèdent une structure en splates (Fig. 1.7(a)) qui réduit les transferts thermiques et donc, ces revêtements affichent une très faible conductivité thermique. Cependant, ce type de microstructure génère des contraintes importantes aux basses températures. En effet, l'élaboration et le vieillissement de ces dépôts induisent des contraintes de compression très élevées car le coefficient de dilatation de la zircone est plus faible que celui du substrat. Alors, pendant le refroidissement de la pièce, le superalliage va imposer son retrait dilatométrique et la zircone sera fortement comprimée. La structure des dépôts obtenus par projection plasma ne permet pas ou peu d'accommoder ces contraintes. D'un autre coté, ils sont avantageux dans le cas des turbines terrestres, où les cycles thermiques sont plus longs et moins nombreux car les pièces restent des centaines d'heures à la température de fonctionnement. À noter qu'il n'est pas rare de trouver des dépôts par plasma de plusieurs centaines de micromètres d'épaisseur.

De l'autre côté, les dépôts réalisés par EB-PVD ont une microstructure colonnaire qui réduit les contraintes (Fig. 1.7(b)) induites par les différences dilatométriques. Cependant cette microstructure est moins efficace contre le flux thermique et contre l'oxydation des couches sous-jacentes. Ces dépôts sont aussi beaucoup plus coûteux à réaliser car ils nécessitent de lourdes infrastructures. De plus amples détails sur les mécanismes de croissance de ces dépôts sont fournis dans la partie 2.1.3 et le chapitre 3.

1.1.3 Endommagements du système barrière thermique

Le choix des différentes couches du revêtement est en adéquation avec la ou les fonctions qu'elles doivent assurer. Cependant, la complexité des systèmes barrières thermiques

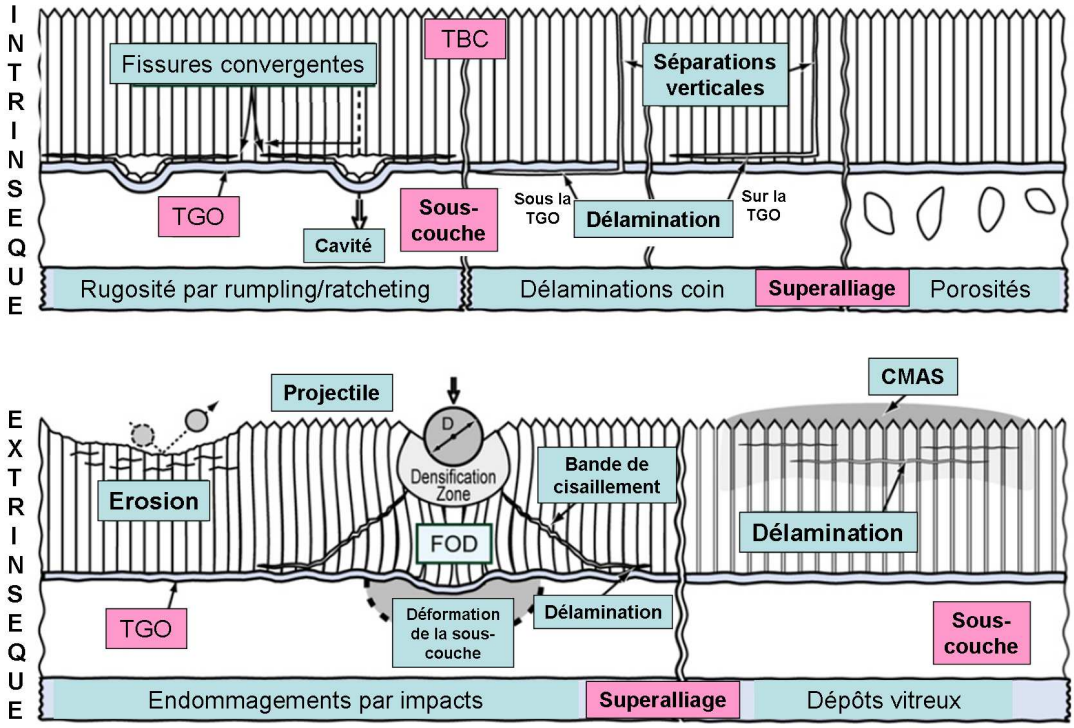


Figure 1.8 – Résumé des principaux mécanismes d'endommagement d'une barrière thermique [ECL08]

et les conditions extrêmes auxquelles elles sont soumises provoquent des modifications chimiques et mécaniques au cours de leur vieillissement. Ces dégradations progressives mènent finalement à la mise à nu des couches métalliques par écaillage. Les principaux mécanismes responsables de la dégradation des barrières thermiques dépendent de l'utilisation du revêtement. Ces phénomènes peuvent être classés en deux catégories, ceux d'origine intrinsèque et ceux d'origine extrinsèque (Fig. 1.8).

1.1.3.1 Phénomènes extrinsèques

L'environnement de la barrière thermique et les éléments présents dans le flux de la turbine sont les facteurs extrinsèques. La couche supérieure en céramique (la zircone) est exposée aux gaz de combustion. Elle subit les fortes contraintes thermomécaniques et est percutée par les éléments aspirés ou produits par la turbine (Fig. 1.8). Les particules comme le sable ou des objets sur les pistes endommagent la barrière thermique sur les pales, ou se déposent et s'infiltrent dans la structure colonnaire.

L'érosion par le sable est essentiellement présente dans les pays proches de déserts. Petit à petit, cet endommagement peut supprimer toute la couche de zircone. C'est le bord d'attaque des aubes qui est affecté (Fig. 1.9). En effet, les flux de gaz ainsi que les particules aspirées sont divisés en arrivant sur l'avant de la pale. Une partie du flux est redirigé vers l'extrados, et l'autre vers l'intrados. Les particules aspirées par la turbine percutent le

Figure 1.9 – Érosion de la zircone sur le bord d'attaque d'une pale haute pression [THE07]

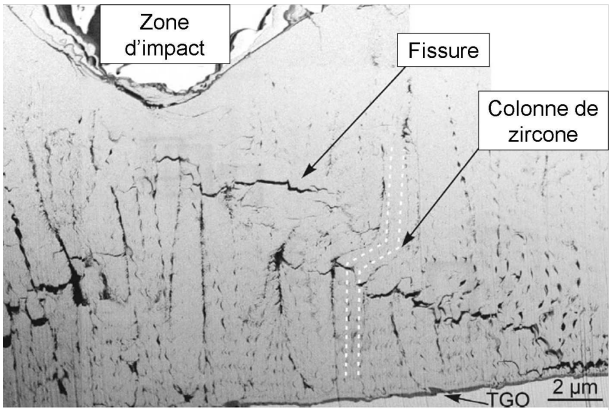


Figure 1.10 – Coupe FIB avec les fissurations et les déformations des colonnes suite à un impact d'objet [CWY+03]

bord d'attaque et l'érodent. Pour retarder cet effet, une épaisseur plus importante de zircone est recherchée dans cette région pendant la phase de déposition.

Des objets plus volumineux, comme des gravillons ou de petits éléments métalliques (boulons), sont parfois présents sur les pistes d'envol. La forte aspiration d'une turbine aéronautique, en particulier pendant la phase de décollage, peut être suffisante pour les aspirer du sol. Une turbine qui ingère ce type d'objet n'est pas directement en danger, mais les impacts (Fig. 1.10) qui sont produits sur les barrières thermiques réduisent la durée de vie et l'efficience du revêtement [CWY+03] [CHS+04].

CMAS est le nom donné à des dépôts qui se forment en surface de la zircone pendant la vie de la turbine. Il signifie Calcium-Magnésium-Alumino-Silicate. Ces éléments proviennent de particules ingérées et fondues par la turbine. Ils se déposent à la surface

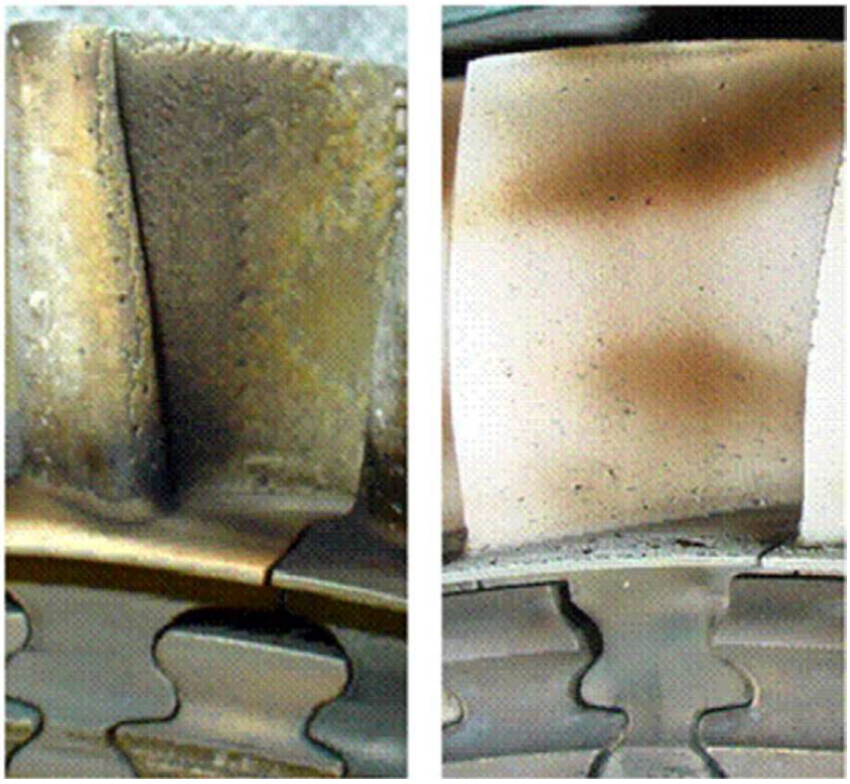


Figure 1.11 – Photographies de l'intrados et de l'extrados de pales des traces de CMAS [SRJB07]

de la zircone et pénètrent les espaces intercolonnaires. Ils peuvent entrainer une dégradation de la composition de la zircone. À basse température ils redeviennent solides et sont responsables d'une augmentation de la raideur du revêtement EB-PVD, alors que justement la souplesse de la zircone est recherchée par l'utilisation de la structure colonnaire. Le dépôt EB-PVD se fissure et se délamine progressivement (Fig. 1.8). Les CMAS sont généralement présents en intrados et extrados des pales (Fig. 1.11).

1.1.3.2 Phénomènes intrinsèques

Les origines intrinsèques de la ruine d'une barrière thermique concentrent leurs effets autour de la couche d'alumine. La cause première peut venir du superalliage, de la sous-couche, de l'alumine ou de la zircone. Un des principaux phénomènes est l'accumulation de contraintes au sein et autour de la couche d'alumine. Cela provient essentiellement des différences dilatométriques entre la zircone et le superalliage, de la croissance de l'alumine et du raidissement de la zircone. Les contraintes résiduelles dans le dépôt augmentent progressivement avec le vieillissement de la barrière thermique jusqu'à atteindre un niveau d'énergie que l'alumine et ses interfaces ne peuvent plus contenir. La délamination est alors brusque et se produit à basse température, quand les contraintes induites par les désaccords dilatométriques sont les plus élevées.

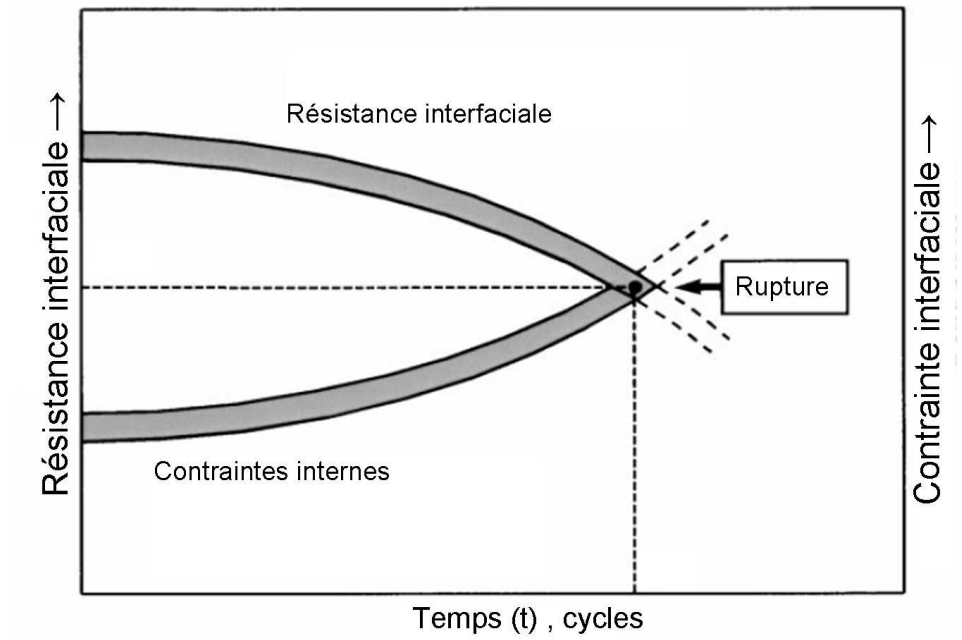


Figure 1.12 – Modèle d'endommagement basé sur les changements de la résistance et de la contrainte interfaciale en fonction du vieillissement thermique [GJV+99]

L'énergie qui s'accumule par l'augmentation de ces contraintes va aussi profiter de phénomènes de fragilisation du revêtement. Ainsi, d'un côté la contrainte favorable à la fissuration augmente et de l'autre la résistance mécanique des interfaces et des couches s'affaiblit. L'intersection des deux produira la propagation soudaine des microfissures (Fig. 1.12).

Dans le cadre des revêtements de zircone colonnaires EB-PVD et de sous-couches $((Ni,Pt)Al)$ obtenues par dépôt électrolytique de platine diffusé puis recouvert d'un aluminiure appliqué en phase vapeur, les zones de ruptures se situent essentiellement aux interfaces de la couche d'alumine. L'adhérence entre la couche d'alumine et la sous-couche est affectée par la ségrégation d'éléments comme le soufre. Aussi, l'appauvrissement de la sous-couche en Al pour la formation de l'alumine entraine un changement de phase $\beta - NiAl \Rightarrow \gamma' - Ni_3Al$ qui s'accompagne d'une diminution de volume de l'ordre de 16% [VM07]. Ce changement induit alors des déformations en surface de la sous-couche, zone où les ions d'aluminium sont "pompés" par l'oxydation de surface. La surface de la sous-couche est alors ondulée sur de grandes amplitudes, c'est le "rumpling" ou plissage. La transformation de phase $\beta - NiAl \Rightarrow \gamma' - Ni_3Al$ ainsi que le cyclage thermique en seraient responsables. Le plissage est plus prononcé pour les oxydations par cyclage thermique que pour les oxydations isothermes. Le "rumpling" est responsable d'amorces de décohésions entre l'alumine et la sous-couche [VIA04] et aussi du plissage de la surface de la sous-couche vers le dessus et le dessous de sa ligne d'origine. Un autre terme est par moment utilisé, le "ratcheting", qui représente ici des "affaissements" de la surface de la sous-couche. En présence d'une couche de zircone par dessus, le rumpling est limité

voire inexistant [YPM06] [PHZ10]. En revanche le "ratcheting" se produit et génère des cavités entre la zircone et l'alumine (Fig. 1.8). De ces défauts, des fissures se forment et se propagent à la base de la zircone.

1.2 Définition et mesure de l'adhérence

L'adhérence est un terme qui peut avoir une signification ou une valeur très variée en fonction de la méthode de mesure et du couple revêtement/substrat. Ainsi, un dépôt utilisé dans la microélectronique ne sera pas soumis aux mêmes mécanismes d'endommagement qu'une barrière thermique par exemple. Ce sont donc les conditions de vie qui vont orienter le choix des méthodes d'essai pour caractériser des interfaces. La multitude de revêtements et d'environnements possibles expliquent l'absence d'une méthode universelle pour mesurer l'adhérence.

1.2.1 Notions de base

Il est nécessaire de définir correctement les termes utilisés pour la suite afin d'éviter certaines confusions. L'adhésion est l'ensemble des interactions se produisant au contact entre deux surfaces [COG00]. L'adhérence est le résultat d'un essai de séparation de deux surfaces. Il s'agit donc d'une grandeur physique. L'énergie de rupture (souvent notée G) est l'énergie nécessaire pour créer une unité de surface de fracture.

Contrairement à la langue anglo-saxonne, le français dispose de deux mots, adhésion et adhérence, pour traiter des forces d'interactions entre deux surfaces. Pour l'anglais, cette distinction n'existe pas, le terme "adhesion" regroupe les deux sens. Cependant, la différence s'effectue parfois avec les expressions "thermodynamic adhesion" et "mechanical/practical adhesion".

D'un point de vue thermodynamique l'énergie d'adhésion W_{adh} est égale à l'énergie de séparation entre deux corps si la transformation est réversible. Donc, la séparation d'un assemblage de deux solides A et B avec une énergie interfaciale γ_{AB} donnera deux nouvelles surfaces d'énergies superficielles γ_A et γ_B. La différence entre l'énergie initiale et l'énergie finale du système donne alors l'énergie d'adhésion [COG00] :

$$W_{adh} = (\gamma_A + \gamma_B) - \gamma_{AB} \tag{1.1}$$

C'est la relation fondamentale de l'adhésion qui fut établie par Dupré en 1869.

Cependant, cette équation se place dans le cas de transformations réversibles. La réalité fait intervenir d'autres phénomènes comme la déformation plastique, la microfissuration secondaire, le frottement entre les surfaces et aussi des changements de phases. Ainsi, la propagation d'une fissure à l'interface fait apparaître des phénomènes dissipatifs qu'il faut

prendre en compte dans l'expression de l'énergie nécessaire à la fissuration de l'interface G_c [THE07].

$$G_c = W_{adhésion} + W_{dissipée} \tag{1.2}$$

Avec $W_{adhésion}$ l'énergie d'adhésion de l'interface et $W_{dissipée}$ la somme des énergies dissipées lors de la propagation de la fissure interfaciale.

En mécanique de la rupture, selon l'orientation de la sollicitation par rapport à l'orientation de la fissure, trois modes sont définis [THE07], notés I, II et III. Ces modes sont détaillés par la figure 1.13.

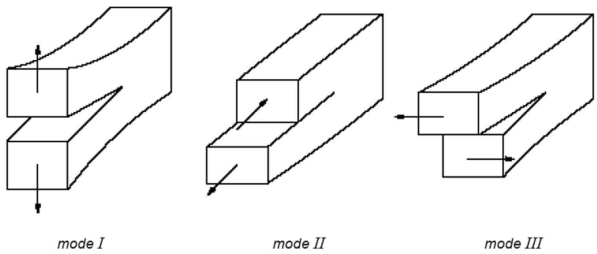


Figure 1.13 – Les 3 modes de fissuration [THE07]

Le mode I correspond à une ouverture normale. Ce mode est le plus critique et le moins consommateur en énergie. Une fissure soumise à un chargement mixte aura tendance à dévier pour s'orienter dans ce mode.

En mode II, les surfaces délimitant la fissure se déplacent dans un même plan contenant le front de fissure et dans deux directions perpendiculaires à ce front et opposées l'une de l'autre.

En mode III, les surfaces délimitant la fissure se déplacent aussi dans un même plan contenant le front de fissure, toujours en sens opposés l'une de l'autre mais selon une direction parallèle au front de fissure. Tout déplacement des lèvres d'une fissure est une combinaison de ces trois modes fondamentaux.

Comme vu précédemment, l'énergie d'adhérence d'une interface correspond à la somme de son énergie d'adhésion $W_{adhésion}$ et des énergies dissipées lors de la propagation de la fissure interfaciale $W_{dissipée}$. Cependant, cette énergie dissipée dépend du mode de sollicitation de l'interface. La proportion de sollicitation en mode I et en mode II qui s'applique à la fissure est quantifiée par l'angle de mixité modale $\Psi*$ [THE07] défini par :

$$\Psi* = Arctan(\frac{\sigma_{xy}}{\sigma_{yy}}) \tag{1.3}$$

Il représente le rapport des contraintes tangentielles σ_{xy} sur les contraintes normales σ_{yy} que subit une interface. L'angle $\Psi* = 0°$ correspond à une sollicitation exclusivement en mode I et l'angle $\Psi* = 90°$ à une sollicitation exclusivement en mode II.

Les différentes expériences réalisées depuis le début des années 90 sur des systèmes divers ont toutes montré que l'énergie d'adhérence augmentait avec la mixité modale [THE07]. La quantité d'énergie dissipée lors de la propagation de la fissure est plus grande en mode II pur qu'en mode I.

1.2.2 Méthodes de mesure de l'adhérence sur barrières thermiques

L'adhérence d'un revêtement quelconque est souvent un sujet critique. Dans le cas des barrières thermiques aéronautiques, de nombreux mécanismes d'endommagement se produisent et peuvent être à l'origine de l'écaillage de la zircone (paragraphe 1.1.3). La problématique de la tenue de ces dépôts est difficile à appréhender car ces systèmes complexes évoluent en permanence. De nombreux essais d'adhérence existent. Ici seule une partie des méthodes ayant fait l'objet d'études sur les barrières thermiques est citée.

– ***Le cyclage thermique***

Le cyclage thermique n'est pas un essai d'adhérence, mais il permet une estimation de la limite de durée de vie de la barrière thermique. Il est l'essai de référence dans le cas des barrières thermiques déposées par EB-PVD. Les valeurs obtenues par essais d'adhérence sont toujours comparées à la durée de vie des revêtements testés. Pour cela, il est incontournable de présenter la méthodologie de la détermination de la durée de vie d'une barrière thermique.

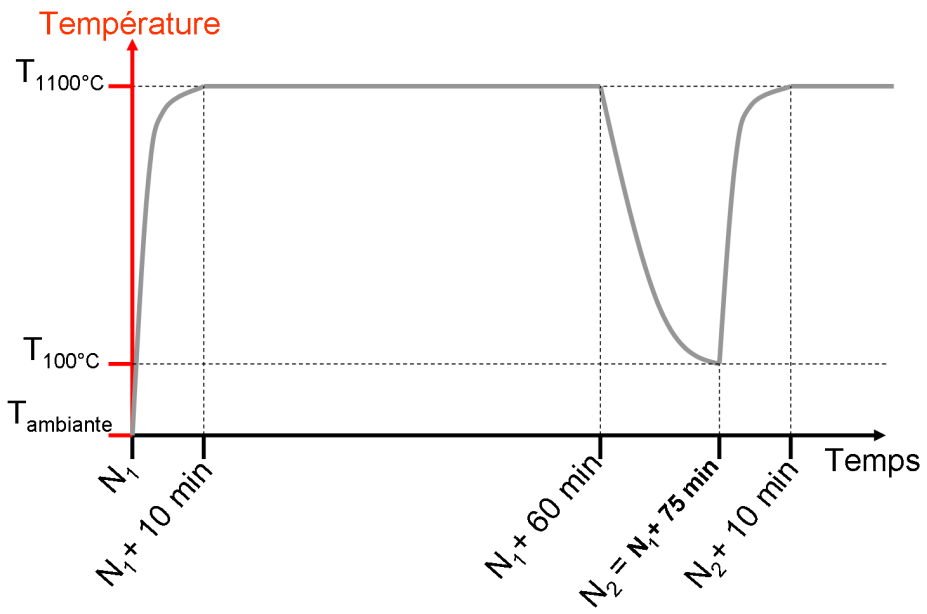


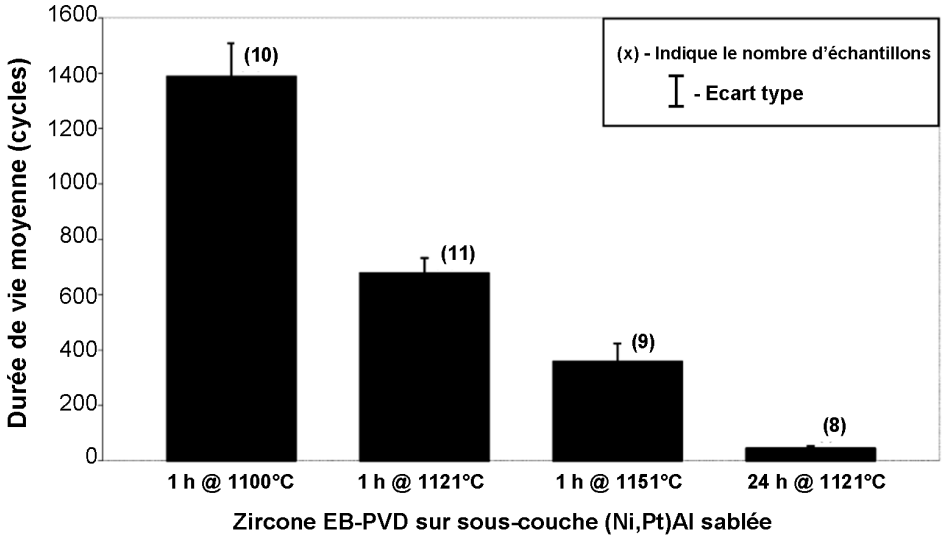
Figure 1.14 – Allure des cycles thermiques appliqués pour déterminer la durée de vie d'une barrière thermique

Pour déterminer ou plutôt estimer la durée de vie d'une barrière thermique, des échantillons ou des pièces subissent des cycles de montées, maintiens et descentes en température dans des fours sous air. Ces étapes ont pour but de reproduire les contraintes thermiques appliquées par les gaz chauds de la turbine, pendant les phases de décollage, vol et arrêt de la turbine. Les échantillons sont observés régulièrement pendant les étapes de refroidissement pour mesurer la surface totale de zircone écaillée. Quand un pourcentage défini (par exemple 20%) du revêtement n'est plus présent, le nombre de cycles correspondant est la durée de vie de l'échantillon. La structure des cycles thermiques est variable suivant les études. Pour les revêtements aéronautiques, leur durée est généralement proche d'une heure, chauffe incluse. La température maximale varie en fonction des laboratoires qui sont souvent orientés par les industriels du secteur des turbines. Dans cette étude, les cycles appliqués permettent une montée à 1100°C en 10 minutes et un maintien pendant les 50 minutes restantes (Fig. 1.14). Le refroidissement se fait sous air pulsé pendant 15 minutes afin d'assurer que la température des pièces redescende à 100°C.

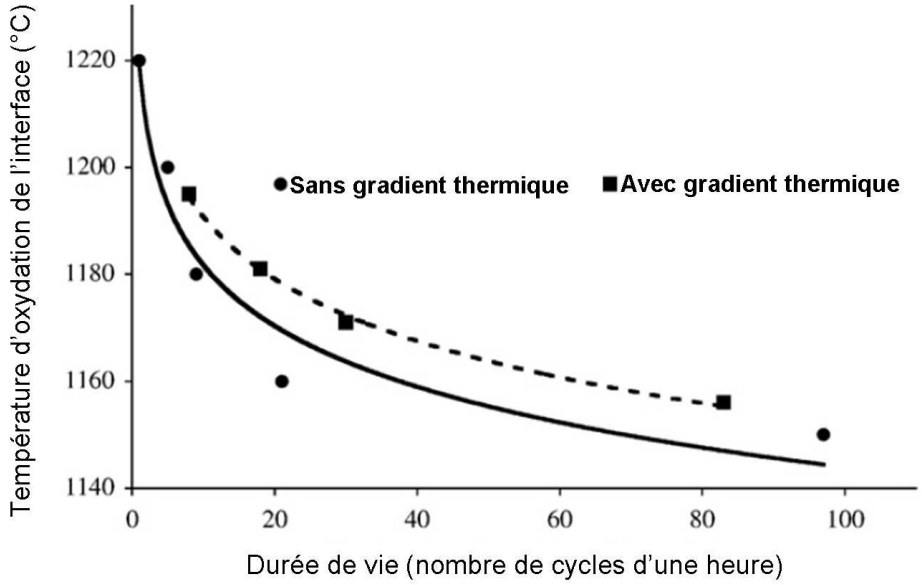
La température et la durée du cycle vont modifier les mécanismes d'endommagement de la barrière thermique [SXJ+05] [SVLM09]. L'augmentation de la température de palier va réduire la durée de vie d'un revêtement (Fig. 1.15). Les mécanismes de dégradation comme l'oxydation et le rumpling sont d'autant plus importants que la température est élevée et entrainent alors un écaillage anticipé. La durée du cycle affecte aussi l'endommagement [SXJ+05]. Ainsi, les cycles courts seront plus favorables à un écaillage à l'interface alumine/zircone induit par le "rumpling" et le "ratcheting". Pour des cycles longs, l'écaillage se formera plus favorablement à l'interface alumine/sous-couche, à cause des contraintes dans la couche d'alumine.

Un gradient thermique entre le superalliage et la couche de zircone est aussi un facteur qui va augmenter la durée de vie d'un revêtement (Fig. 1.15(a)) [SVLM09]. Si ce cas est plus représentatif des pièces sur moteur, car les aubes sont refroidies par la circulation d'air à l'intérieur, il n'est pas aisé à mettre en place et à contrôler en laboratoire. Pour cela, les cyclages thermiques sont essentiellement réalisés avec des températures homogènes dans les différentes épaisseurs de la barrière thermique.

Sur la figure 1.16 sont présentées les durées de vie en cyclage thermique de cinq préparations où seul le superalliage est identique. Les principales familles de sous-couche et de zircone sont utilisées. Les moyennes, ainsi que les valeurs extrêmes d'une même préparation sont données. Sans discuter et comparer la valeur des résultats [GJV+99], il apparait qu'au sein d'une même préparation, la dispersion des valeurs peut être énorme (un rapport de 10 pour la première préparation). Ceci est un des problèmes des durées de vie par cyclage thermique. Ainsi, le classement entre les préparations sera dépendant du critère choisi, par exemple, soit la valeur moyenne, soit la valeur la plus basse d'un groupe d'échantillons. Par sécurité, le choix de la valeur la plus basse serait à faire, mais cela serait négliger le potentiel de certaines préparations comme la I sur la figure 1.16. Généralement,



(a) Influence de la température de cyclage [SXJ+05]



(b) Influence de la température de cyclage et du gradient thermique [SVLM09]

Figure 1.15 – Sensibilité de la mesure de la durée de vie aux températures maximales de cyclage

c'est la moyenne d'un groupe qui sert de référence. La durée des cycles thermiques, qui est de l'ordre d'une heure et quart, est un deuxième frein de cette méthode. Les durées de vie varient de quelques centaines à quelques milliers de cycles, soit de quelques semaines à quelques mois d'essai.

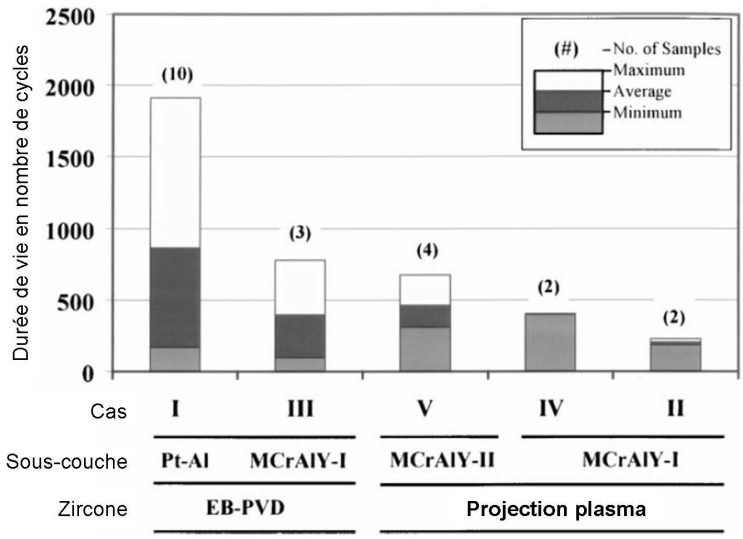


Figure 1.16 – Durées de vie en cyclage thermique d'1H à 1121°C de cinq préparations de barrières thermiques [GJV+99]

– ***Les plots collés***

Les plots collés sont industriellement utilisés dans le cas des barrières thermiques en zircone projetées par plasma. Pour les dépôts EB-PVD, leur utilisation est problématique du fait de la pénétration de la colle dans la structure colonnaire. Cet essai a cependant montré des résultats intéressants sur ces revêtements, mettant en évidence la dégradation de l'interface avec les cyclages thermiques (Fig. 1.17) [GJV+99].

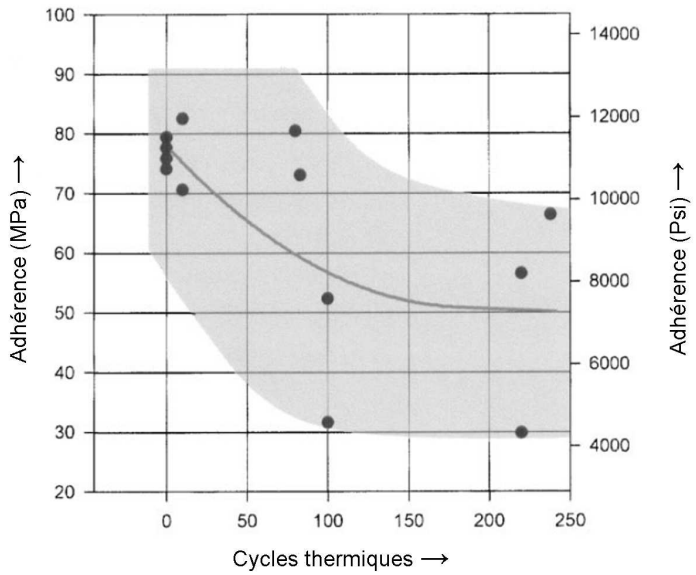


Figure 1.17 – Évolution, pour différents vieillissements, de l'adhérence mesurée par plots collés sur barrières thermiques EB-PVD avec sous-couche $Pt - Al$ [GJV+99]

Cette technique met en traction pure les interfaces (mode I). Des dépôts bruts d'élaboration donnent une adhérence de 75 ± 5 MPa. Après 200 cycles, elle diminue à 50 ± 20 MPa. La dispersion des résultats est forte pour des dépôts vieillis. Un autre inconvénient de cet essai est la géométrie des éprouvettes, qui n'est pas une forme standard pour les barrières thermiques.

– ***La flexion 4 points***

La flexion 4 points utilise une éprouvette plane, sur laquelle une fissure a été réalisée au préalable dans l'épaisseur du revêtement de zircone (Fig. 1.18). Une pression est appliquée sur chaque extrémité de la plaque, avec deux appuis fixes au centre permettant la flexion quatre points.

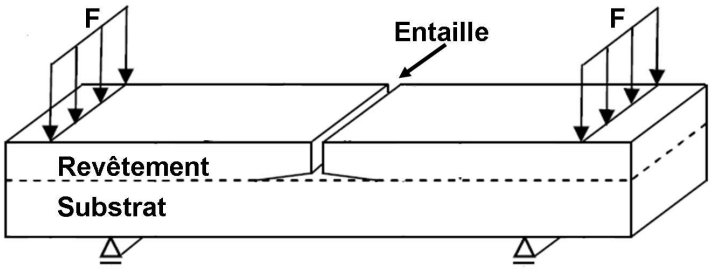


Figure 1.18 – Principe de la flexion 4 points [THE07]

Pierre-Yvan Théry a mis en place cet essai aux barrières thermiques avec sous-couche $\beta - (Ni,Pt)Al$ et $\beta - NiAl(Zr)$ [TPDB07] [THE07]. L'angle de mixité modale $\Psi*$ est considéré de 40° soit un mode mixte. L'énergie d'adhérence de ces deux systèmes avec sous-couche distinctes, évolue de manière proche avec le vieillissement thermique (Fig. 1.19). Elle est d'environ 120 $J.m^{-2}$ à l'état brut de déposition et chute à 20 $J.m^{-2}$ après 200 cycles. Tout comme pour les mesures par plots collés (Fig. 1.17), la décroissance est très prononcée pendant les 100 premiers cycles.

Cette méthode, tout comme les plots collés, nécessite une préparation longue et minutieuse des éprouvettes planes.

– ***Le pelage par cisaillement***

Cet essai applique un cisaillement pur de l'interface (mode II). Plusieurs méthodes existent dont le montage présenté en figure 1.20. Son application sur barrières thermiques en EB-PVD avec sous-couche en $NiCoCrAlY$ a donnée des valeurs d'énergie d'adhérence de 75 ± 15 $J.m^{-2}$.

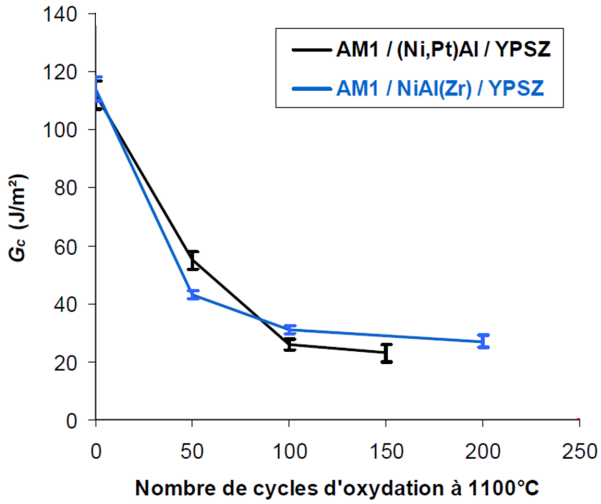


Figure 1.19 – Adhérence mesurée par flexion 4 points sur barrières thermiques vieillies [THE07]

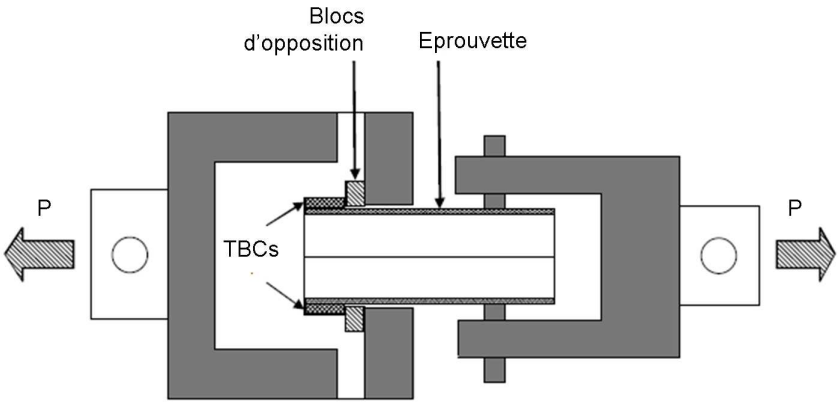


Figure 1.20 – Principe de l'essai de cisaillement pur [GMKK05]

– ***Autres essais d'adhérences appliqués aux barrières thermiques***

De nombreux essais ont été appliqués comme par exemple l'indentation interfaciale [SVLM09], l'indentation en surface [BMEH00] [BV01], l'indentation bille sur substrat en coupe [WWA12], l'essai de pliage [WTCA12] ou encore l'essai de compression [ZLR+11].

1.2.3 L'essai LASAT

1.2.3.1 Principe

Le LASAT (LAser Shock Adhesion Test) consiste à focaliser un laser de haute puissance sur la surface d'un échantillon en fournissant une forte énergie dans un instant bref (quelques ns pour cette thèse). Le matériau soumis à ce flux est alors transformé en plasma qui, de par son expansion, provoque une onde de choc dans le solide pouvant

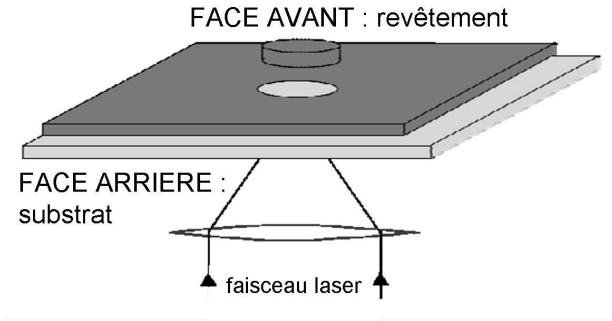


Figure 1.21 – Schéma de principe de l'essai LASAT [BAR04]

atteindre quelques dizaines de GPa. Ainsi, un impact laser sur la face non revêtue d'un échantillon entrainera la formation d'une onde de choc de compression qui va se propager vers l'autre face sur laquelle se trouve le dépôt. La réflexion de l'onde sur cette face formera une onde de traction qui va parcourir le chemin inverse. En fonction de l'amplitude et de la durée du choc appliqué, et de l'adhérence du dépôt, le passage de cette onde de traction à l'interface dépôt/substrat pourra provoquer son endommagement (fissuration) jusqu'à éventuellement un écaillage (Fig. 1.21).

Cet essai était dans un premier temps réservé aux dépôts fins et peu adhérents. Il a ensuite été appliqué à d'autres types de dépôts à partir des années 80 de par le développement de lasers plus puissants [BAR04]. La simulation numérique est un outil qui permet de reproduire les phénomènes de compression et de traction qui se produisent dans les matériaux. La connaissance de ces mécanismes de propagation permet l'interprétation des résultats et aussi l'optimisation des paramètres de l'essai LASAT. Les avantages du LASAT par rapport aux autres techniques de mesure de l'adhérence sont, d'une part, l'absence de contact avec d'autres éléments pour appliquer la contrainte et, d'autre part, la très grande amplitude des contraintes qui peuvent être appliquées. De plus, cet essai peut s'appliquer à des surfaces très réduites de l'ordre de quelques millimètres carrés faisant du LASAT un possible essai localisé [BAR04]. Cependant, l'un des principaux problèmes est la détermination des contraintes à l'interface ou au sein de l'échantillon. Pour cela, d'autres outils sont nécessaires tels que la modélisation et la connaissance du comportement sous choc des matériaux.

1.2.3.2 La génération de l'onde de choc

La première étape de l'essai LASAT est donc l'interaction du faisceau laser avec l'échantillon qui permet de générer le choc. Dans des cas classiques, cette interaction fait intervenir trois étapes qui sont l'absorption, la thermalisation et la conduction [BAR04]. L'absorption correspond aux mécanismes mis en œuvre entre les ondes électromagnétiques et la matière condensée. Pour donner une idée, dans le cas d'un laser de longueur d'onde 1,06 μm, l'épaisseur de pénétration des ondes électromagnétiques dans du cuivre

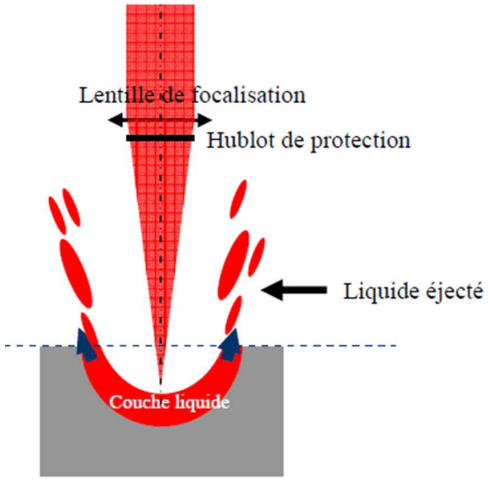


Figure 1.22 – Schéma de principe du perçage laser [REV10]

ou de l'aluminium est de l'ordre de quelques nanomètres. Cette énergie optique est ensuite convertie en chaleur par des processus collisionnels, c'est la thermalisation. Finalement, l'énergie thermique est transférée au reste du matériau par conduction d'après les lois de conduction de la chaleur.

Il apparaît que pour des puissances de laser suffisamment grandes, la température locale du matériau dépasse sa température de fusion et ainsi, se produit une liquéfaction superficielle du matériau. C'est le cas du perçage laser dans lequel la vaporisation du liquide intervient car la pression de vapeur de la phase liquide dépasse la pression ambiante. Ainsi le perçage laser (Fig. 1.22) permet l'élimination de la matière par vaporisation et par éjection du matériau liquéfié due à la pression de vapeur produite par la vaporisation. Ces phénomènes interviennent pour des puissances de quelques kW/cm^2.

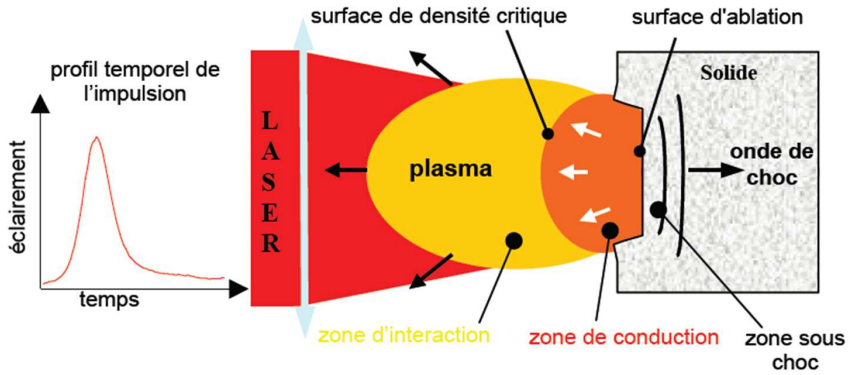


Figure 1.23 – Génération de choc par laser [ARR04]

Avec des flux encore supérieurs, la conduction de la chaleur ne peut se faire et le passage de l'état solide à l'état gazeux peut être réalisé directement. C'est la sublimation. Pour des flux encore supérieurs (quelques GW/cm^2)(Fig. 1.23), la vapeur produite absorbe aussi l'énergie du faisceau, générant alors un plasma chaud et dense qui continue d'absorber

l'énergie pendant toute la durée de l'impulsion laser. L'expansion du plasma produit des ondes de compression dans la cible. Ce mécanisme intervient sur des temps très brefs (quelques ns ici), et les ondes de compression ainsi formées peuvent être assimilées à des ondes de choc.

L'amplitude des ondes de choc est dépendante du flux d'énergie déposé par l'impulsion laser. Cependant, la puissance du laser applicable pendant l'essai est limitée par l'environnement. Ainsi, pour des flux supérieurs à 10 GW/cm^2 [BAR04], le rayonnement laser est absorbé par l'air, c'est le claquage. Cela impose de travailler sous vide pour l'emploi des puissances plus élevées. Les problèmes qu'imposent ce type de configuration sous vide (enceinte, pompes...) limitent l'utilisation de ces puissances. Une autre solution permet d'amplifier les contraintes dans le matériau. Elle consiste à confiner l'expansion du plasma afin d'avoir une réaction de compression de l'échantillon plus grande. Pour cela, il suffit de recouvrir la cible d'un matériau transparent au laser (eau, verre...). L'interaction laser-matière s'effectuera alors entre cette lame transparente et le substrat, et l'expansion du plasma généré sera restreinte. Ainsi, le confinement du plasma permet une amplification d'un facteur de 5 à 10 de la pression et de 2 à 3 de la durée de chargement [BAR04]. Cependant, bien souvent ces milieux transparents ont des tensions de claquage inférieures à l'air, par exemple 6 GW/cm^2 pour l'eau. Ainsi, pour un flux supérieur, le plasma peut se produire à la surface (Fig. 1.24) ou au cœur de la couche de confinement. Cette limitation en flux n'empêche pas un gain important des contraintes de compression formées dans le matériau.

Ce type de configuration (Fig. 1.24), avec milieu confinant, est appelée "irradiation confinée" par opposition à la classique "irradiation directe".

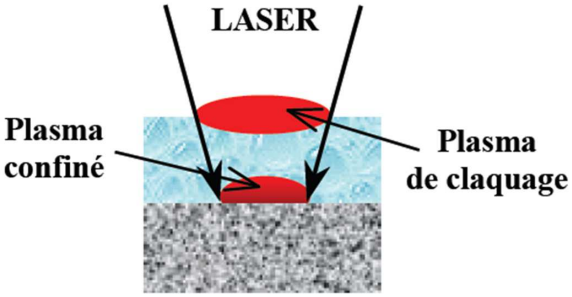


Figure 1.24 – Formation du plasma en régime confiné [SOL02]

1.2.3.3 La propagation de l'onde de choc

De manière générale, une onde de choc se définit comme la propagation d'une discontinuité de pression intervenant sur des temps très courts ou des distances très réduites de l'ordre de quelques plans atomiques. L'état thermodynamique d'un milieu sous choc est caractérisé par trois grandeurs : sa pression P, son énergie interne E, et sa densité ρ (ou

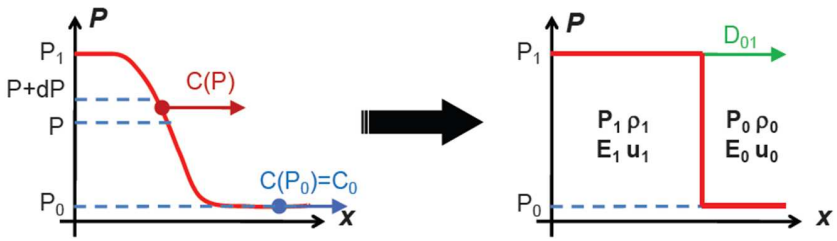


Figure 1.25 – Évolution des états d'un matériau sous choc [CL10]

son volume spécifique $V = 1/\rho$). Lors de la propagation du choc, le milieu passe d'un état initial (P_0, E_0, ρ_0) à un état final sous choc (P_1, E_1, ρ_1) (Fig. 1.25).

En première approximation, le matériau sous choc peut être considéré comme un fluide et sa transformation par le passage de l'onde de choc peut être décrite par les trois équations hydrodynamiques de conservation (masse, énergie et quantité de mouvement) appliquées de part et d'autre du front de choc, en faisant intervenir deux paramètres cinétiques supplémentaires : la vitesse D de propagation du choc et la vitesse matérielle u qu'il induit dans le milieu. Cela donne ainsi les trois équations de Rankine-Hugoniot :

Masse :

$$\rho_0(D_{01} - u_0) = \rho_1(D_{01} - u_1) \tag{1.4}$$

Énergie :

$$E_1 - E_0 = \frac{1}{2}(P_1 + P_0)(\frac{1}{\rho_0} - \frac{1}{\rho_1}) = \frac{1}{2}(P_1 + P_0)(V_0 - V_1) \tag{1.5}$$

Quantité de mouvement :

$$P_1 - P_0 = \rho_0(D_{01} - u_0)(u_1 - u_0) \tag{1.6}$$

Les trois grandeurs P, V et E sont reliées par une équation d'état $f(P,E,\rho)$ propre à chaque matériau, dite équation de Mie-Grüneisen :

$$P - P_{ref} = \gamma_g \frac{E - E_{ref}}{V} \tag{1.7}$$

Avec γ_g le coefficient de Grüneisen du milieu et P_{ref} et E_{ref} la pression et l'énergie pour un état de référence donné.

Ces quatre relations permettent déjà d'obtenir la courbe d'Hugoniot (ou adiabatique dynamique) qui est une représentation dans le plan (P, V) des états accessibles par choc à partir d'un état initial (Fig. 1.26).

Pour la plupart des matériaux et dans une large gamme de pressions, la vitesse de propagation du choc est donnée par :

$$D = C_0 + Su \tag{1.8}$$

Avec C_0 la vitesse du son dans le matériau et S la constante d'Hugoniot du matériau.

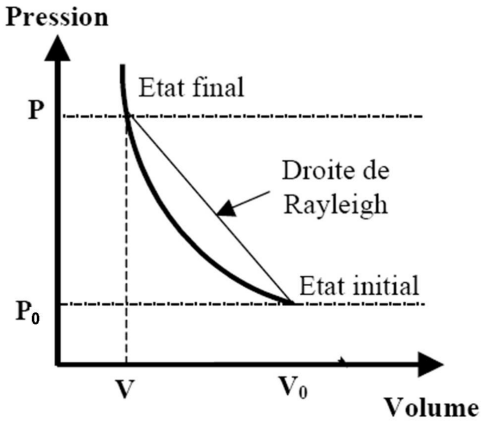


Figure 1.26 – Courbe d'Hugoniot

Les variables thermodynamiques (P,V,E) et cinétiques (u,D) sont reliées par les cinq équations ci-dessus (trois équations de conservation, une équation d'état et une relation expérimentale). Ainsi des relations reliant deux à deux les variables peuvent être obtenues et il en ressort une représentation très utile de Pression-Vitesse tracée à partir de la relation suivante :

$$P - P_0 = \rho_0(C_0 + Su)u \tag{1.9}$$

Cela donne la polaire de choc qui représente l'ensemble des états (P,u) accessibles par choc à partir d'un état de repos à pression ambiante P_0 (Fig. 1.27).

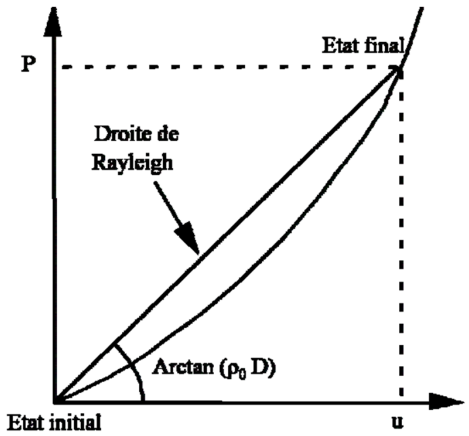


Figure 1.27 – Courbe de polaire de choc

La courbe est la polaire de choc d'un matériau dense : lieu des points (P,u) accessibles par choc à partir d'un état de repos à pression ambiante P_0. La droite de Rayleigh joint l'état initial à l'état final. Sa pente $\rho_0 D$ notée Z, est appelée "impédance de choc" du milieu. Il est supposé que deux chocs successifs (0 à 1) et (1 à 2) portent un matériau donné dans le même état 2 qu'un choc unique (0 à 2). Il s'agit de l'approximation de la

"polaire unique" [BAR04], justifiée pour les niveaux de pression (quelques GPa) mis en jeu dans cette étude.

La vitesse de propagation c des ondes de compression peut s'exprimer en fonction de la pente de la courbe d'Hugoniot par la relation suivante :

$$c^2 = -V^2 \frac{\delta P}{\delta V} \tag{1.10}$$

Il apparaît dans les faits que pour la majorité des matériaux, le terme $(\delta P/\delta V)$, qui est observable en fonction de la forme de la courbe d'Hugoniot, est grand pour de faibles volumes massiques. Cela veut dire que plus le matériau est comprimé, plus l'onde de compression sera rapide. Il y aura donc un raidissement du front de choc comme montré sur la figure 1.28.

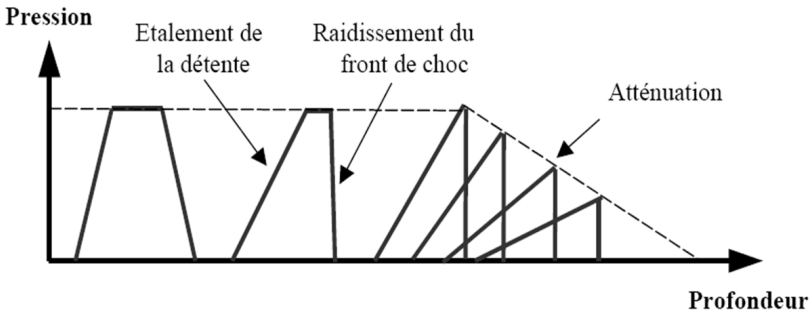


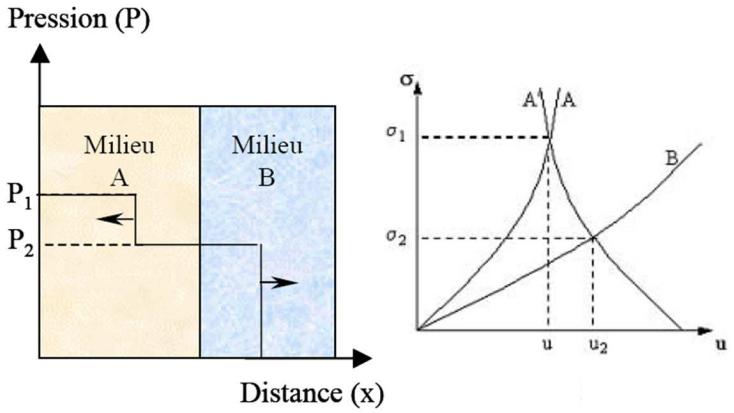
Figure 1.28 – Raidissement du front de choc et atténuation hydrodynamique

Pour les mêmes raisons, l'onde de détente aura tendance à s'étaler. Ainsi, la détente va rattraper et ronger le front de choc, c'est "l'atténuation hydrodynamique". Ce phénomène est un des responsables du fait que les épaisseurs de cibles sont limitées, en particulier pour les chocs brefs.

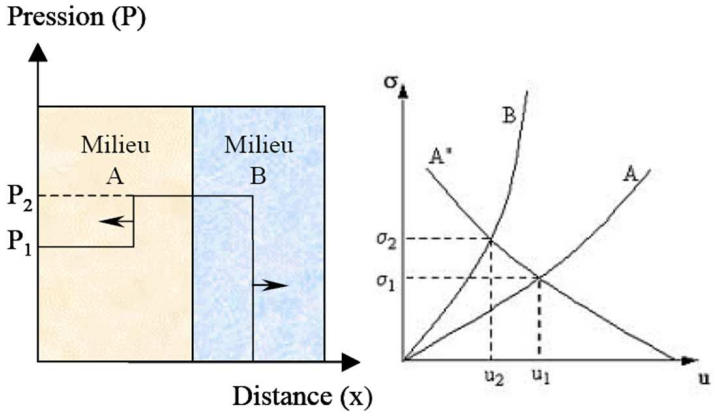
1.2.3.4 Transmission d'une onde de choc entre deux milieux

Si maintenant la cible correspond à un matériau multicouche, des phénomènes de transmission et de réflexion de l'onde vont se produire.

Soit deux milieux solides A et B en contact. Lorsqu'une onde de choc incidente (P_1,u_1) se propageant dans le milieu A traverse l'interface, une onde de choc est transmise dans le milieu B et une onde de choc ou de détente est réfléchie dans A, selon la position relative des polaires de choc des matériaux A et B. Un nouvel état d'équilibre (P_2,u_2) se crée de part et d'autre de l'interface, caractérisé par l'égalité des pressions et des vitesses matérielles dans les deux milieux. Il y a alors deux situations possibles. La première, si la polaire de A est supérieure à celle de B (Fig. 1.29(a)), l'onde réfléchie dans A est une détente. Le point (P_2,u_2) est situé à l'intersection de la polaire de B et de la courbe A' de détente isentropique de A issue du point (P_1,u_1).



(a) Cas d'une onde réfléchie en détente



(b) Cas d'une onde réfléchie en compression

Figure 1.29 – Influence de la position des polaires de choc sur le type de réflexion produite à une interface [BOU08]

Si la polaire de A est inférieure à celle de B, l'onde réfléchie est une onde de compression (Fig. 1.29(b)). Le point (P_2,u_2) est situé à l'intersection de la polaire de B et de la courbe A'' qui est la polaire de choc réfléchie de A passant par l'état initial (P_1,u_1).

Le cas où le milieu A est un solide et le milieu B est un gaz ou le vide, constitue un cas limite de la transmission de type 1.29(a) décrite précédemment. L'amplitude P_2 du choc transmis dans le milieu B est alors négligeable car la polaire de B est très en dessous de celle de A et peut même être assimilée à l'axe horizontal $P = 0$ (Fig. 1.30). L'onde de choc incidente est alors réfléchie intégralement dans le matériau A pour ramener l'interface à pression nulle. La vitesse de l'interface est alors l'intersection de la polaire de détente (supposée être la symétrique de la polaire de choc passant par le point (P_1,u_1)) avec l'axe $P = 0$.

Il apparaît alors que :

$$u_s = 2u_1 \tag{1.11}$$

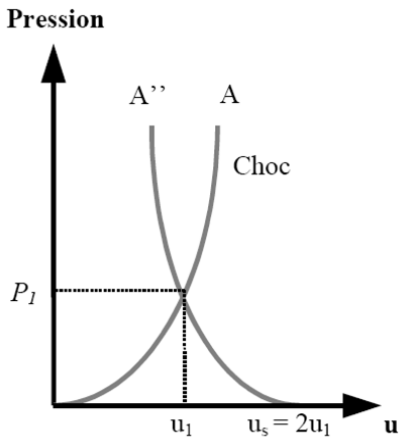


Figure 1.30 – Cas d'une surface libre [BOU08]

Cette relation a une importance pratique capitale. En effet, la vitesse de surface libre u_s de la cible peut être mesurée expérimentalement alors que la vitesse matérielle u n'est pas directement accessible. En mesurant u_s et en tenant compte de la relation 1.11, la vitesse matérielle dans la cible est accessible et il est alors possible de remonter à la pression induite en utilisant la polaire de choc de la cible [BOU08]. De manière générale, l'évolution temporelle de cette vitesse de surface libre est directement reliée aux différents états obtenus à l'intérieur de la cible et constitue ainsi une base de validation des modèles appropriés à la simulation des phénomènes de choc.

La propagation des ondes dans un substrat et son dépôt fait intervenir de nombreux phénomènes de réflexion et transmission des ondes. La figure 1.31 est un exemple de la propagation des ondes de choc dans un matériau bicouche pour lequel l'impédance de choc du dépôt est supérieure à celle du substrat.

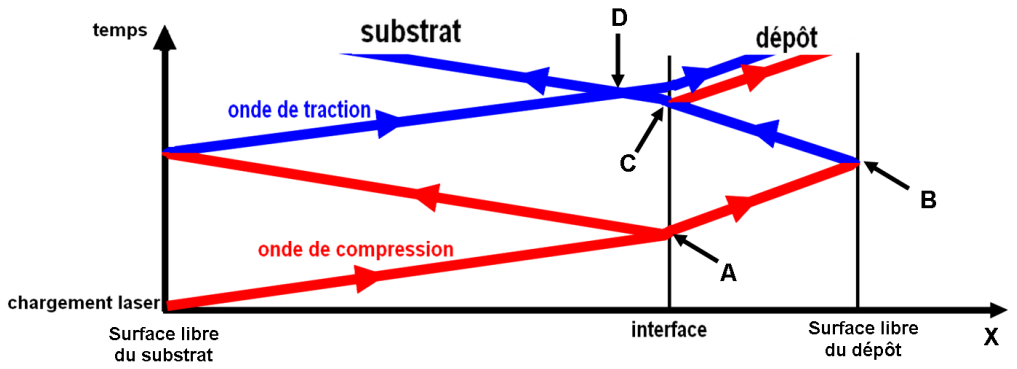


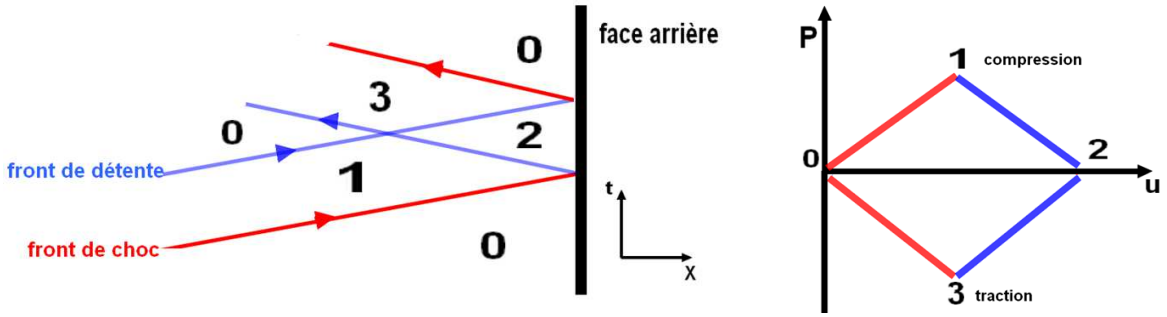
Figure 1.31 – Diagramme (X,t) de propagation des ondes dans un matériau bicouche épais

Le point A correspond à la première transmission de l'onde choc. Du fait de l'impédance plus grande du revêtement, l'onde de compression incidente est réfléchie en une

onde de compression. L'onde transmise est elle aussi en compression. En B, la surface libre est une interface entre le dépôt et l'air pour laquelle l'impédance de choc du dépôt (ici l'air) est comme nulle. Il y a alors une réflexion de l'onde en traction. Le point C marque le passage de l'onde d'un matériau avec une impédance élevée (dépôt) à un matériau avec une impédance faible (substrat). Il y aura alors une réflexion inverse à l'onde incidente, donc une onde réfléchie en compression. Le point D marque une zone très intéressante, c'est le croisement de deux ondes de traction. Cette région sera donc soumise à une traction amplifiée du matériau. En fonction des conditions de l'essai (cible et condition laser), la localisation de cette zone peut être déplacée soit vers l'intérieur du substrat soit vers le dépôt, le cas souhaité étant à l'interface. Les paramètres influant sur la position de cette région sont les épaisseurs du dépôt et du substrat l'une par rapport à l'autre et les vitesses de propagation des ondes dans les deux matériaux.

Il peut être intéressant aussi de regarder à une échelle plus petite le point B de la figure 1.31. Cela revient à observer l'onde de choc à une échelle qui permet de distinguer son front de choc et la détente qui s'en suit. Il est alors possible de comprendre la formation d'ondes de traction. L'inversement du front de choc et de la détente à suivre proviennent de la polaire de choc (considérée nulle) de l'air (Fig. 1.30 et 1.32(b)). Se propageant dans la direction inverse, cette détente suivie d'un front de compression va croiser puis passer l'onde incidente. Finalement, le matériau est mis en traction (état 3 sur la figure 1.32(a)).

C'est donc l'inversement du front de choc et du front de détente qui forme sur le retour une onde de traction. Cette onde de traction qui va continuer son chemin est à la source du LASAT en provoquant la décohésion voire l'écaillage du dépôt durant l'essai.



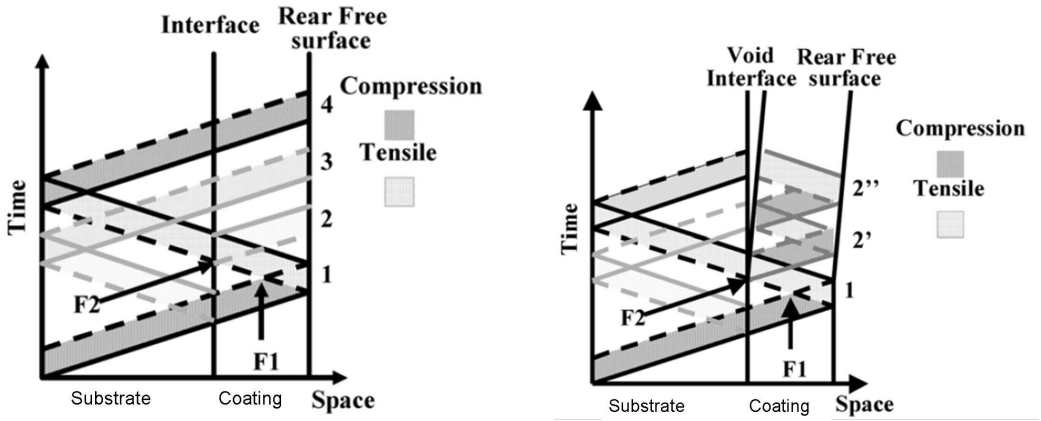
(a) Représentation des fronts de choc et de détente

(b) États atteints

Figure 1.32 – Formation d'une onde de traction par réflexion d'une onde de compression sur une surface libre

1.2.3.5 La mesure de l'adhérence en régime 1D

La mesure d'adhérence nécessite de rompre l'interface pour connaitre la contrainte de rupture. Pour un système bicouche, où le choc a été appliqué sur la surface du substrat, l'onde de traction apparait à la surface libre du dépôt et se propage vers la face irradiée



(a) Sans rupture de l'interface

(b) Avec rupture de l'interface

Figure 1.33 – Diagrammes (X, t) pour la propagation d'une onde de choc dans un système bicouche épais [BBB+07]

par le laser. Cette poche de traction va donc traverser l'interface substrat/dépôt. Deux cas se présentent alors : soit l'interface est suffisamment résistante et n'est pas endommagée (Fig. 1.33(a)) ; soit l'onde de choc permet de rompre la liaison substrat/revêtement (Fig. 1.33(b)).

L'onde de traction, induite par la réflexion sur la surface libre en 1 (Fig. 1.33(a) et 1.33(b)) de l'onde de compression incidente, est le résultat du croisement de la détente incidente et du front de détente réfléchi (point $F1$). Son passage à l'interface (point $F2$) entraine une transmission de l'onde dans le substrat et une réflexion qui va rester dans le dépôt. Cette dernière va se diriger de nouveau vers la surface libre. La contrainte (traction ou compression) de cette onde dépendra des rapports d'impédance entre le substrat et le dépôt.

En l'absence de rupture de l'interface, les allers et retours de l'onde principale et de ses ondes réfléchies vont continuer jusqu'à leur extinction. À la surface du dépôt, les débouchés des ondes seront mesurables par un système adapté, mais les plus intenses seront ceux de l'onde principale qui arrivent aux instants 1 et 4 (Fig. 1.33(a)).

Au contraire, si l'interface rompt, l'historique des ondes sera modifié. Au passage de l'interface au point $F2$, une partie de l'onde sera transmise dans le substrat, jusqu'à la rupture de l'interface. À partir de cet instant, la transmission entre les deux couches n'est plus possible, donc le reste de l'onde sera réfléchie et restera dans le dépôt. Cette réflexion met en jeu une interface solide/air, car la rupture du système bicouche génère une fissure. Donc l'onde piégée dans le revêtement sera forcément inversée en contrainte et deviendra donc une onde en compression qui se dirigera vers la surface libre du dépôt. Son débouché en $2'$ (Fig. 1.33(b)) sera plus intense que le débouché 2 (Fig. 1.33(a)). Puis de nombreux autres aller et retours seront observés ($2''$), tous traduisant le débouché d'une onde de compression.

La dernière étape consiste alors à déterminer la contrainte réelle appliquée à l'interface. Cette valeur est difficile à déterminer car de nombreux phénomènes sont à considérer. L'intensité initiale du choc, composée elle-même de nombreuses variables, est altérée dans sa propagation par l'atténuation hydrodynamique mais aussi par la microstructure du revêtement. De plus, l'interface est responsable de réflexions qui engendrent des pertes, en particulier au premier passage de l'onde de compression incidente.

Sur des systèmes simples et avec des couches dont le comportement mécanique sous choc est bien défini, il est possible de travailler par calcul et d'estimer la contrainte appliquée à l'interface. Il est quand même nécessaire de connaître le choc appliqué à la base.

Pour des systèmes complexes, plusieurs approches existent. Si les épaisseurs des couches sont maîtrisées et que les microstructures et comportements sont reproductibles entre les échantillons, une étude qualitative est suffisante. Pour chaque échantillon, différents chocs laser sont appliqués, à énergie croissante tir après tir, jusqu'à observer une décohésion de l'interface. La plus faible énergie laser nécessaire pour rompre la liaison dépôt/substrat est appelée "Seuil LASAT". Il est alors possible de comparer les échantillons en fonction du "Seuil LASAT" de chacun pour classifier leur adhérence. Mais cette méthode nécessite d'avoir des systèmes identiques, ayant seulement l'interface qui change.

S'il n'est pas possible de maitriser la reproductibilité des épaisseurs ou des microstructures, mais qu'en revanche il y a l'équipement nécessaire pour mesurer la vitesse de la surface libre, ces données peuvent être utilisées. Il a été discuté pour la figure 1.33(b), que le débouché de l'onde au point $2'$ est induit pas la rupture de l'interface. La figure 1.34 est une représentation plus détaillée des états atteints en cas de rupture.

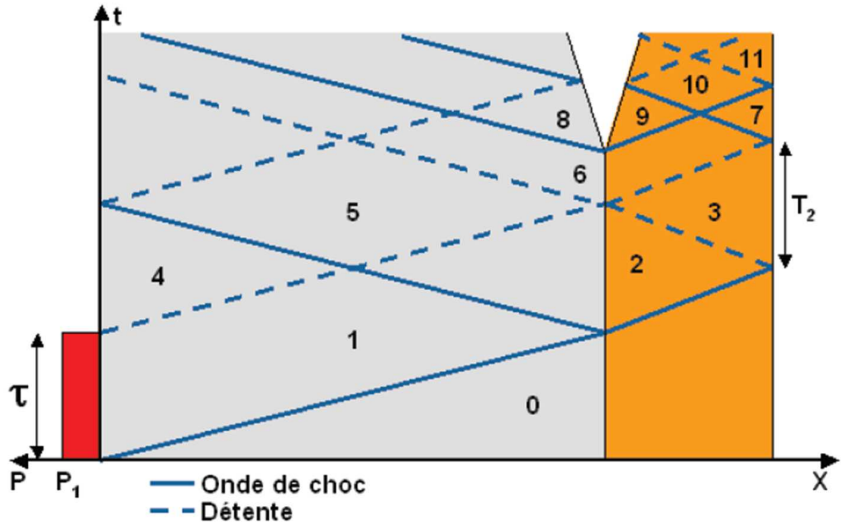


Figure 1.34 – Diagramme (X,t) avec rupture de l'interface [BOL04]

Il a été déjà validé, dans le cadre de matériaux bruts, que la traction utile au début d'un endommagement pouvait être obtenue des vitesses des ondes débouchantes successives par

l'expression suivante :

$$\sigma = \frac{1}{2} Z \Delta u \tag{1.12}$$

Avec Z l'impédance du matériau et Δu le différentiel de vitesse entre les deux premiers débouchés (3 et 7) à la surface libre. En appliquant l'impédance du revêtement, et en ayant une acquisition permettant de mesurer les vitesses des débouchés des ondes, il est donc possible de déterminer la contrainte qui a induit la rupture de l'interface. Cependant, cette méthode ne permet que d'approcher la valeur vraie, car elle néglige de nombreux points de la propagation des ondes et elle est sensible à l'acquisition des signaux de vitesse.

1.2.3.6 La mesure d'adhérence en régime 2D

Depuis le début des années 2000, l'intérêt des chercheurs s'est orienté sur les effets bidimensionnels des ondes de choc. En effet, les parties précédentes ont supposé que la propagation était parfaitement 1D. Cependant, avec l'augmentation de la puissance des sources laser, des échantillons de plus en plus épais peuvent être choqués. Le diamètre de la zone irradiée par la source laser était auparavant bien supérieure à l'épaisseur de la cible. Maintenant, ces deux dimensions sont proches. Déjà évoquée légèrement dans plusieurs travaux [BOL04] [BAR04] [ABR+01] [ARR04], Jean-Paul Cuq-Lelandais a fait une étude approfondie de l'influence de ces effets bidimensionnels sur la propagation de l'onde de choc [CL10].

La limitation spatiale de la zone choquée oblige à considérer les bords du choc. Ces zones, où la surface de la cible passe d'une surface contrainte à une surface non choquée en s'écartant de l'axe du choc, sont soumises à d'importants efforts de cisaillement. Les conséquences de la limitation spatiale de la zone choquée sont appelées "les effets de bords".

La figure 1.35 met en évidence les conséquences des effets de bord. Sur la partie gauche, l'image du bas représente la zone choquée par le laser avec la formation de l'onde principale 1D. En passant sur l'image supérieure, cette onde s'est propagée dans la cible. Il apparait aux extrémités du front 1D des ondes circulaires, dont les centres correspondent aux bords du choc initial. Les ondes circulaires se propageant vers l'extérieur du choc sont en compression, comme l'onde principale 1D. Les deux autres ondes circulaires qui se propagent vers l'axe du choc sont en traction. Dans la majorité des cas, en particulier en choc laser, la surface choquée sera circulaire. Par conséquent, le système comporte une symétrie axiale autour de l'axe du laser de choc. À partir de cette visualisation, il apparait que ces ondes précédemment décrites comme semi-circulaire, constituent une géométrie semi-torique.

En passant sur des épaisseurs de cibles encore plus épaisses, l'onde 1D peut continuer sa propagation en profondeur de la matière et les ondes 2D de compression étendent la

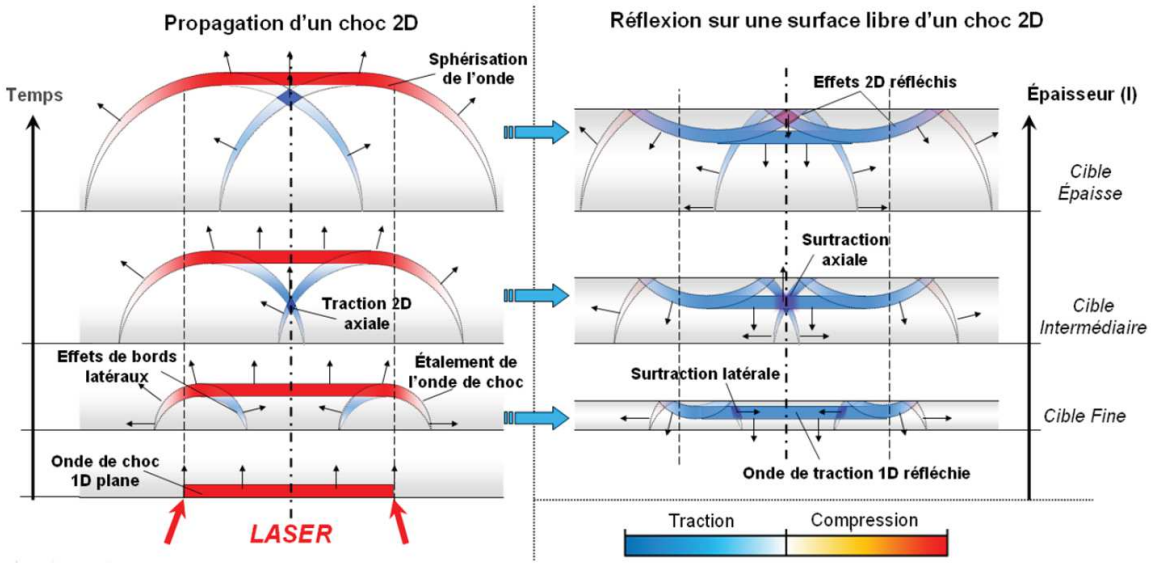


Figure 1.35 – Propagation des ondes de choc 2D pour des cibles d'épaisseurs différentes [CL10]

région mise sous contrainte à une surface plus étendue que le choc initial. Dans l'intérieur, les ondes 2D de traction se rejoignent dans l'axe du choc. Il se forme alors une zone de sur-contrainte axiale en traction induite par la symétrie du système.

Enfin, pour des cibles très épaisses, le choc continue son extension spatiale par les ondes 2D de compression. La poche de traction, derrière l'onde 1D, se rapproche de cette dernière.

Si maintenant la cible est d'épaisseur plus ou moins importante, il va se produire des mécanismes de croisement des ondes après la réflexion sur la face opposée.

Dans le cas de cibles très fines par rapport au diamètre de choc, les ondes 2D n'ont pas le temps de prendre de l'importance. De faibles sur-tractions sont générées par le croisement de l'onde 1D réfléchie avec les ondes 2D en traction. Ce cas peut quand même être comparé à un choc monodimensionnel sur lequel les effets de bords sont négligés.

Si la cible est d'épaisseur moyenne, il va se passer un croisement de l'onde 1D réfléchie en traction, avec la poche de traction axiale. Cette zone, très limitée dans l'espace, sera soumise à une importante sur contrainte.

Enfin, si la cible est épaisse, cette poche 2D va se rapprocher de l'onde 1D, de contrainte opposée, et va commencer à l'atténuer. Des zones de sur-contraintes apparaissent quand même par le croisement avec les ondes 2D axiales en traction.

Ainsi, les effets de bords sont responsables de la formation d'ondes bidimensionnelles. Celles-ci vont introduire, par rapport au formalisme monodimensionnel, de nouveaux phénomènes d'atténuation, de sur-contrainte et d'extension de la surface de choc.

L'interaction entre les ondes se produit donc à différents instants en fonction du diamètre de choc d et de l'épaisseur de la cible L. Dans ses travaux, Jean-Paul Cuq-

Lelandais [CL10] a mis en évidence l'importance de ces deux dimensions. Ainsi, il a démontré que pour une cible monocouche, deux choc comportant un même rapport L/d génèrent des répartitions radiales de contraintes identiques, à un facteur multiplicatif prêt.

La figure 1.36 présente le cas de l'aluminium.

Pour un rapport $L/d < 0{,}25$: Le profil de contrainte peut être considéré comme monodimensionnel. Cependant, ce type de profil révèle les ondes 2D par des sur-contraintes en bordures, résultats du croisement de l'onde 1D avec l'onde 2D axiale en traction.

Pour un rapport $L/d > 0{,}65$: Les effets 2D ont pris une part prépondérante dans le profil radial de contraintes. Ils ont fortement atténué l'onde 1D en rongeant petit à petit son rayon. En contrepartie, dans l'axe une poche de sur-traction est formée.

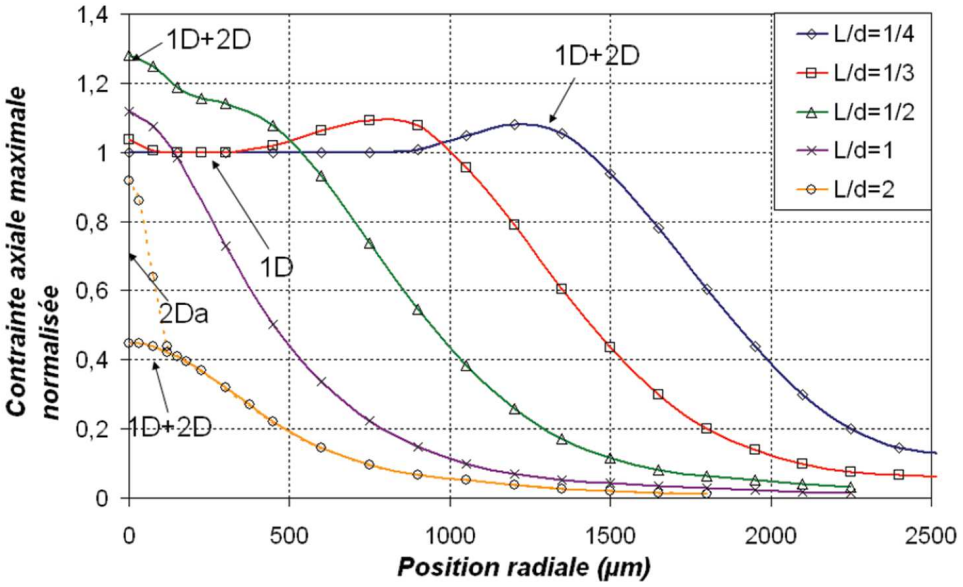


Figure 1.36 – Évolution de la contrainte maximale appliquée de l'axe vers le bord du choc pour différents rapports L/d (Matériau : aluminium ; L=1mm ; Laser : LULI2000 ; $\tau = 3ns$ et $P_{max} = 0.5Mbar$) [CL10]

L'effet de ce profil spatial de contrainte a été étudié expérimentalement dans le cadre d'une cible d'aluminium et comparé à la modélisation en intégrant un critère de rupture à l'interface [CL10] (Fig. 1.37).

Il apparait que la taille de la décohésion n'est pas fixe, bien que les tirs laser soient avec le même diamètre. La modélisation traduit bien l'évolution obtenue expérimentalement. Aux faibles énergies laser, il n'y a aucun endommagement. Le profil radial de choc (Fig. 1.36) ne dépasse en aucun point la contrainte de rupture. À partir d'une énergie donnée, des défauts (ruptures) apparaissent, dont la taille augmente avec l'énergie laser appliquée, bien que le diamètre du choc ne soit pas modifié. Ce phénomène provient de la forme des profils radiaux de contraintes. En augmentant l'énergie laser appliquée, ses

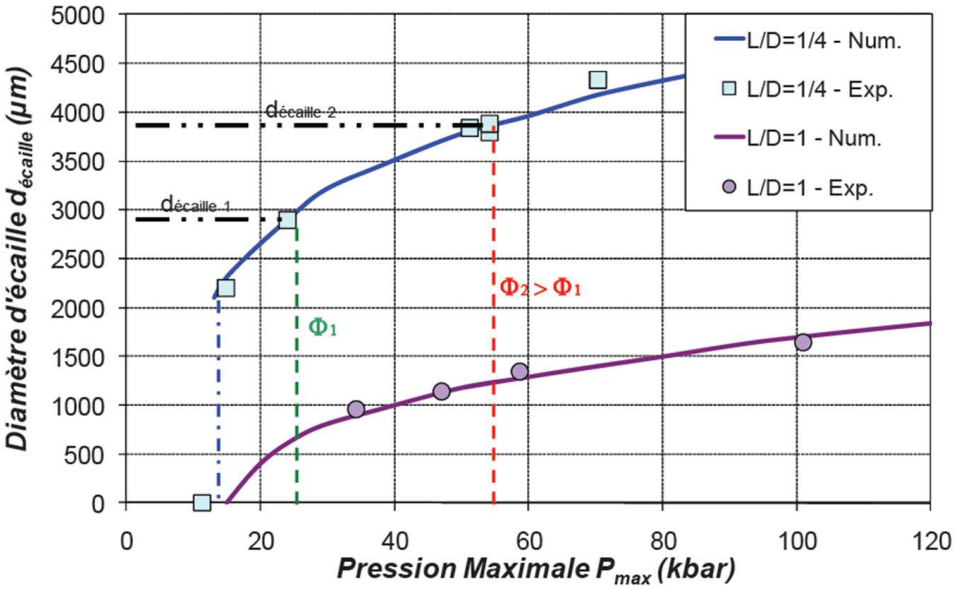


Figure 1.37 – Diamètres d'écaillage obtenus expérimentalement et par modélisation en fonction de la pression maximale de choc [CL10]

courbes sont déplacées vers les hautes contraintes, car la contrainte d'origine est augmentée. Or, la décroissance est progressive en s'éloignant de l'axe du choc. Ainsi, plus la courbe est augmentée, plus grande sera la zone qui dépassera un critère de rupture donné. Ceci explique l'augmentation du diamètre de l'endommagement avec l'augmentation de l'énergie appliquée.

1.3 La détection des décohésions substrat/revêtement

La compréhension et l'anticipation de l'écaillage d'un revêtement passe aussi par le suivi des décohésions interfaciales. Les méthodes de contrôle des interfaces sont classées en deux grandes familles : les méthodes destructives et les méthodes non destructives.

1.3.1 Les méthodes destructives sur barrières thermiques

Les coupes métallographiques sont la référence pour observer l'état de l'interface à un instant donné du vieillissement de la barrière thermique. La préparation est critique, car la résine doit premièrement pénétrer la structure de la zircone afin de limiter les bulles d'air dans l'enrobage. En second, sa polymérisation doit avoir un retrait minimal afin de ne pas générer des contraintes mécaniques dans le dépôt et de ne pas former des fissures parasites pouvant tromper l'interprétation des observations. Pour finir, le polissage doit éviter tout arrachement des couches céramiques, en particulier au niveau de l'interface alumine/zircone.

Le contrôle par microscopie optique ou électronique à balayage (MEB) permet d'observer les endommagements et les évolutions microstructurales de l'interface. Il est alors possible de mesurer la couche d'alumine, de localiser les principaux mécanismes de rupture en préparation (exemple de décohésions) ou aussi de comprendre l'évolution microstructurale de la zircone. C'est ainsi la technique la plus riche en informations pour renseigner de l'état d'une barrière thermique.

Étant destructive, elle n'est pas envisageable sur une aube dont la navigabilité doit être déterminée.

1.3.2 Les méthodes non destructives

Les contrôles non destructifs pour vérifier l'intégrité des barrières thermiques EB-PVD ne sont pas utilisés industriellement. Pourtant, il y a un fort intérêt à mettre en place une méthode qui vérifie l'accroche et l'intégrité de la barrière thermique sur une pièce. Plusieurs technologies ont révélé des résultats intéressants, cependant aucune n'a encore passé le cap de la mise en place à l'échelle industrielle.

– ***La piézospectroscopie***

La piézospectroscopie est basée sur la mesure locale des contraintes dans un matériau en analysant certains niveaux électroniques. La couche d'alumine des barrières thermiques contient des ions de Cr trivalents en substitution de l'aluminium. En excitant ces atomes par un faisceau laser, ils fluorescent et produisent un spectre avec un doublet R_1 et R_2 (Fig. 1.38). La position de ces raies dépend de l'environnement des ions de Cr et en particulier de l'état des contraintes dans lequel ils sont.

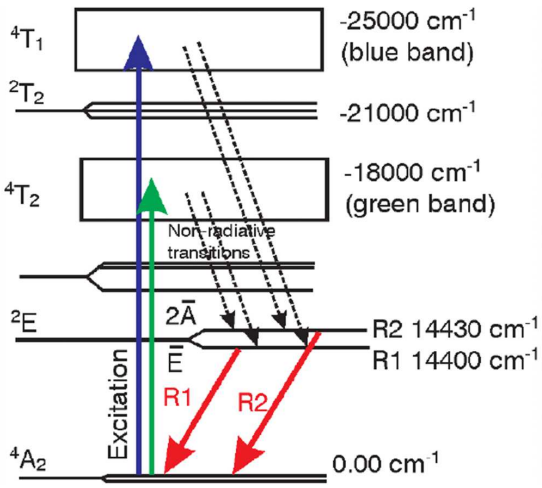
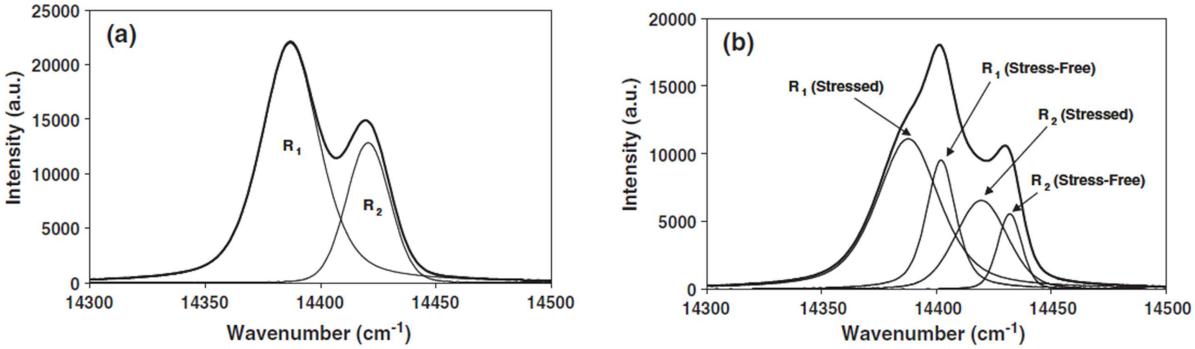


Figure 1.38 – Niveaux d'énergie des raies R_1 et R_2 de la fluorescence du chrome dans la couche d'alumine [THE07]

La méthode consiste alors à exciter, par de brèves impulsions laser, la couche d'alumine, et ensuite à relever et mesurer le spectre de la fluorescence émise. La couche de zircone supérieure a l'avantage d'être en partie transparente aux longueurs d'ondes utiles. La mesure se fait donc au travers de la couche de céramique EB-PVD et ne nécessite aucune modification de la barrière thermique, d'où son aspect CND.

Plusieurs caractéristiques du signal de la fluorescence peuvent alors être exploitées.

Le décalage des raies informe sur l'état des contraintes dans la couche d'alumine. Cependant, comme ces deux raies sont proches (Fig. 1.39(a)) et que le signal récolté regroupe une population d'atomes avec différents états de contrainte, une déconvolution est nécessaire pour exploiter le profil brut (Fig. 1.39). Dans un cas idéal, il n'y a qu'une seule population d'atome de Cr avec un même niveau de contrainte, ils donneront un spectre uni-modal dont la déconvolution sera aisée (Fig. 1.39(a)). Dans le cas réel, il y aura deux populations (Fig. 1.39(b)), voire plus.



(a) Spectre uni-modal

(b) Spectre bi-modal

Figure 1.39 – Exemples de spectres de fluorescence et de leur déconvolution [WJG06]

Une fois la position des pics définie, il est alors possible d'estimer le niveau des contraintes correspondantes avec la formule 1.13 [SSV+00] [MKL+12] [ZX07].

$$\Delta\nu = \frac{2}{3}\Pi_{ii}\sigma_{jj} \tag{1.13}$$

Avec $\Delta\nu$ le décalage pour une raie (R_1 ou R_2) en comparaison de l'état non contraint, Π_{ii} le tenseur des coefficients piézospectroscopiques et σ_{jj} le tenseur des contraintes dans la couche d'alumine.

Le signal de la fluorescence peut aussi être exploité sans analyser le spectre. En effet, l'analyse spectrale est longue et lourde. Une méthode simplifiée est basée sur l'analyse de l'intensité de la fluorescence dans le temps, à partir de la fin de l'excitation [FGJ+12]. La mesure est alors bien plus rapide à réaliser et il peut être envisagé de cartographier des surfaces point par point. L'intensité du signal relevée dans le temps est alors mise sous la forme :

$$I_F(t) = A\exp(-\frac{t}{\tau})^{\frac{1}{\gamma}} + B \tag{1.14}$$

Avec :

- A = Amplitude du signal de fluorescence
- τ = Durée de vie de la fluorescence
- γ = Exposant de la décroissance
- B = Résidu

Les deux valeurs essentielles sont l'amplitude maximale de la fluorescence et sa vitesse de décroissance. Les cartographies obtenues, par exemple en amplitude sur un pion après choc laser sur la figure 1.40, permettent de détecter des variations sur un même échantillon. Elles sont représentatives de discontinuités dans le revêtement. Il est ensuite possible de faire un relevé spectral sur les zones d'intérêt.

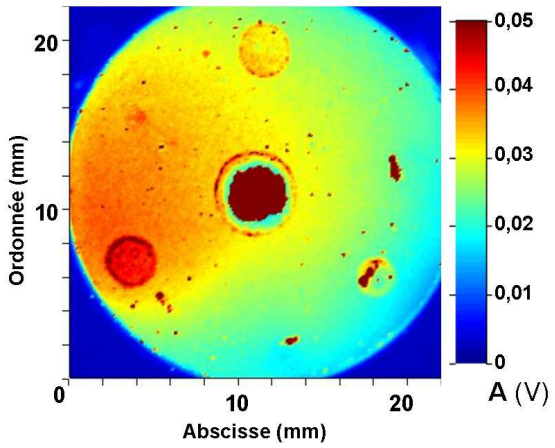


Figure 1.40 – Exemple de cartographie en amplitude de la fluorescence sur un pion de barrière thermique vieilli 100 cycles

En l'état actuel, la piézospectroscopie est utilisée dans des études en laboratoire pour essentiellement suivre l'évolution des contraintes au sein de différentes ou de nouvelles préparations de barrières thermiques. Son application sur des aubes provenant de démontes de moteur est possible mais le temps de mesure et le coût sont les points qui limitent l'utilisation de cette technologie à l'échelle industrielle.

- ***La thermographie Infra-Rouge***

La thermographie IR (Infra-Rouge) est une méthode CND permettant de détecter facilement des défauts proches des surfaces sur des pièces massives ou dans des revêtements. Pour les barrières thermiques, la méthode consiste à appliquer une impulsion thermique, par exemple avec des lampes flashs, et d'observer ensuite la réponse infrarouge du revêtement (Fig. 1.41). Dans les secondes qui suivent, le flux thermique se propage dans la

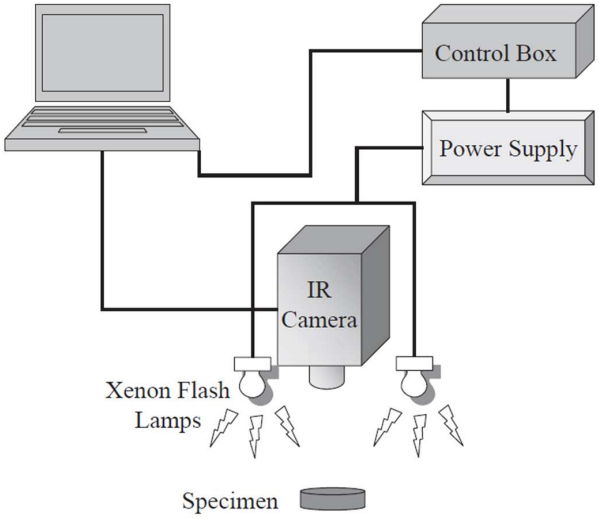


Figure 1.41 – Principe de la thermographie infrarouge [FSC+05]

cible, et suivant les défauts rencontrés en profondeur, le signal renvoyé par la surface est modifié.

Des essais ont montré sa capacité à ressortir soit des variations de l'épaisseur du revêtement [FSC+05], soit des décohésions [MRC+07] [NC05]. Il peut permettre aussi de quantifier le développement, autour de la couche d'alumine, des micro-décohésions car elles modifient la transmission et la réflexion des flux thermiques entre la zircone et les couches métalliques [NC05] (Fig. 1.42).

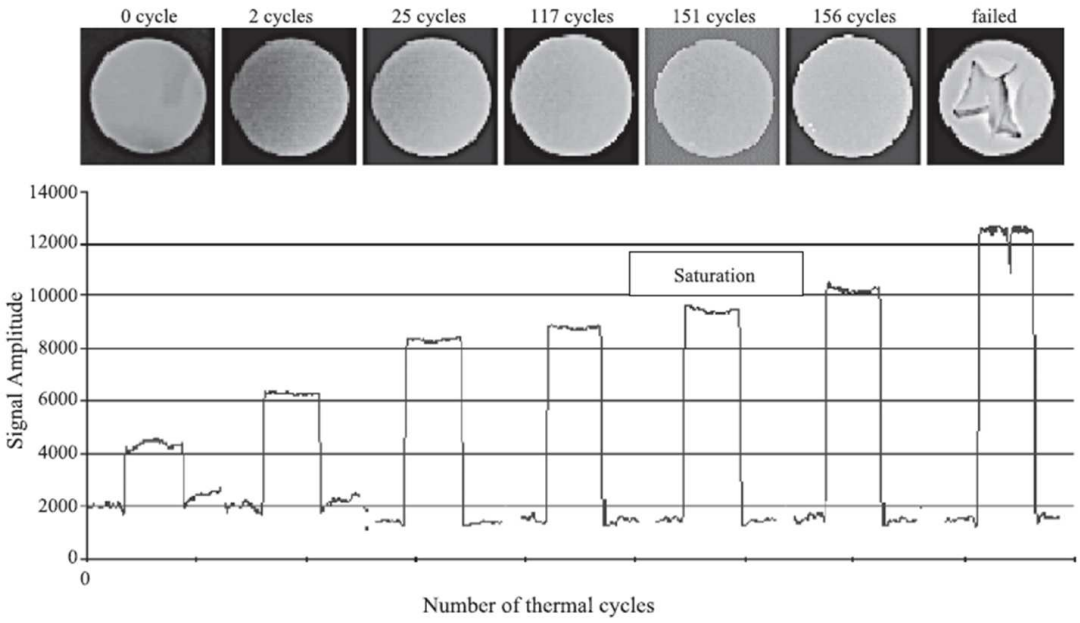


Figure 1.42 – Observation par thermographie IR de barrières thermiques : augmentation de l'amplitude du signal thermique avec le vieillissement par cyclage thermique [NC05]

Il a aussi été possible de suivre l'évolution de défauts avec l'augmentation du cyclage thermique ou pendant le refroidissement à l'ambiant, quand la fissure se propage progressivement [NC05] (Fig. 1.43).

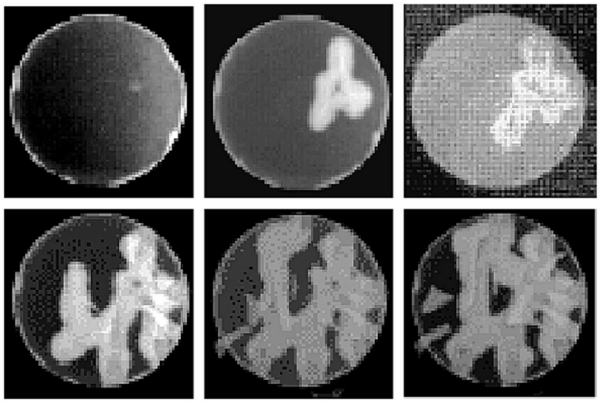


Figure 1.43 – Observation par thermographie IR de barrières thermiques : formation et propagation d'une délamination pendant le refroidissement d'un échantillon après vieillissement isotherme à 1177°C [NC05]

– ***Les ondes guidées et la spectroscopie d'impédance électrochimique***

D'autres travaux ont été réalisés sur les ondes guidées à l'ONERA par Nicolas Terrien [TER06] ou aussi sur la spectroscopie d'impédance électrochimique [BJV+05] [DXX07] [ZZG+06] [AWX04]. Même si ces études ont montré des capacités pour détecter des délaminations, elles fournissent moins d'informations que la thermographie infrarouge ou la piézospectroscopie.

Conclusion

Les mécanismes d'endommagement des barrières thermiques sont nombreux et dépendent des conditions de vie, des matériaux et des procédés utilisés pour appliquer les couches. Ce chapitre a permis de faire un état de l'art des dégradations qui se produisent. Cette connaissance est nécessaire avant toute étude concernant l'adhérence et la dégradation d'une famille de ces revêtements.

La mesure de l'adhérence de barrière thermique a été sujette à de nombreuses recherches et tentatives. Cependant, seul le cyclage thermique est utilisé à l'échelle industrielle. Cet essai est le plus représentatif des endommagements que subissent les barrières thermiques dans une turbine. En revanche, il est extrêmement long, destructif et ne renseigne ni de l'adhérence et ni de son évolution. Ces points négatifs sont justement les points forts de l'essai LASAT.

En ce qui concerne la recherche non destructive de décohésions, la piézospectroscopie est la technique la plus riche en informations mais elle est longue et onéreuse. Elle sera mise en avant dans cette thèse pour sa richesse et sa précision dans le but de valider des méthodes originales mises en place dans ces travaux et considérées industrialisables.

Chapitre 2

Matériaux et techniques expérimentales

Sommaire

Introduction

Ce chapitre décrit dans un premier temps les modalités d'élaboration des échantillons de l'étude (dimensions des éprouvettes et préparations de surface) pour permettre l'étude et la comparaison ultérieure des évoluions et des endommagements des différentes barrières thermiques. La partie suivante concerne la mise œuvre des essais LASAT, selon le nouveau protocole LASAT-2D, et le cyclage thermique selon les préconisations de l'essai mené chez l'industriel. Comme il s'agit de la première thèse au CdM sur l'équipement LASAT, l'équipement nouveau est décrit ainsi que la technique d'interférométrie utilisée pour la calibration du choc laser. Il s'agit d'établir le profil temporel de pression en fonction de la densité de puissance laser appliquée pour cette source de choc. L'équipement VISAR pour le diagnostique du choc laser a été mis en place avec l'aide des laboratoires PIMM de l'ENSAM ParisTech et LCD de ENSMA Poitiers. L'accent est mis également sur les méthodes non destructives qui sont investiguées dans cette thèse.

2.1 Élaboration des systèmes barrières thermiques de l'étude

2.1.1 Le superalliage AM1

Les éprouvettes de barrières thermiques de l'étude sont composées du superalliage $AM1$. Deux géométries ont été utilisées, des pions et des plaques. Ces échantillons ont été obtenus à partir de barreaux monocristallins d'AM1 élaborées par solidification dirigée (Fig. 2.1). L'usinage des pions se fait par tranches sur les barreaux. Ils possèdent alors une orientation $< 100 >$ dans la direction de leur hauteur. Les échantillons de géométrie "plaque" ont aussi été élaborés sur des coulées d'AM1 orientées. Cependant, l'usinage a été effectué dans la direction transverse à la solidification sans repérage préalable par RX de l'orientation secondaire du cristal. Ainsi, les plaques possèdent une orientation cristalline de l'AM1 aléatoire dans la direction de leur épaisseur .

2.1.2 La sous-couche (Ni,Pt)Al

La sous-couche est réalisée par succession de phases de déposition et de diffusion. À réception, les échantillons en AM1 subissent une préparation de surface par sablage. Dans les 2 heures qui suivent, un dépôt électrolytique de quelques micromètres de platine puis un traitement thermique de diffusion sont réalisés. L'aluminisation est appliquée ensuite et elle est suivie d'un traitement thermique d'homogénéisation.

Après l'application de la sous-couche d'aluminiure de nickel modifié par du platine, la barrière thermique possède une microstructure telle que montrée dans la figure 2.2.

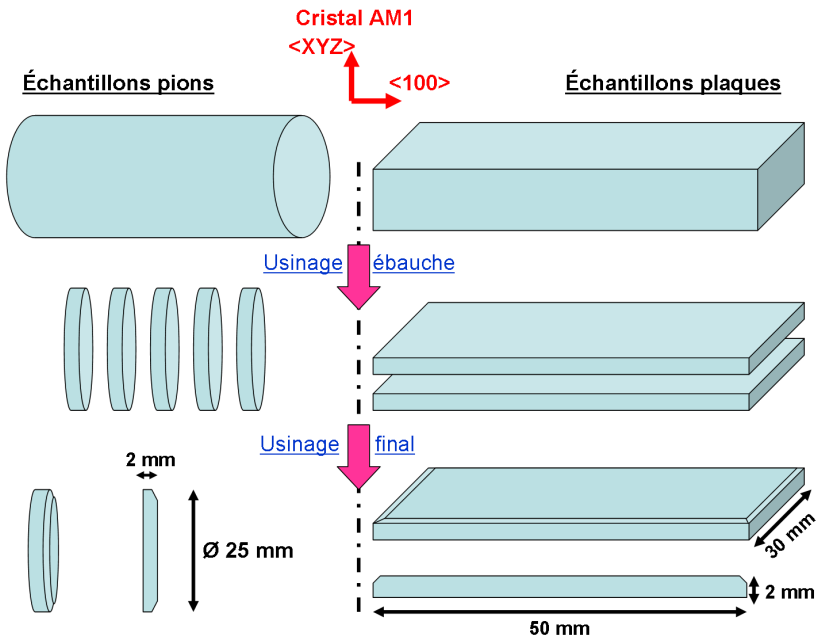


Figure 2.1 – Orientation cristalline des échantillons en AM1 pour l'élaboration des éprouvettes plaques et pions

La zone notée $C1$ est appelée zone d'inter-diffusion et fait quelques dizaines de micromètres d'épaisseur. Sa limite supérieure correspond à la surface d'origine du superalliage. Elle est composée d'une matrice $\beta-(Ni,Pt)Al$, en sombre sur la figure 2.2 et de précipités riches en éléments lourds du superalliage (Cr, Co, Mo, W).

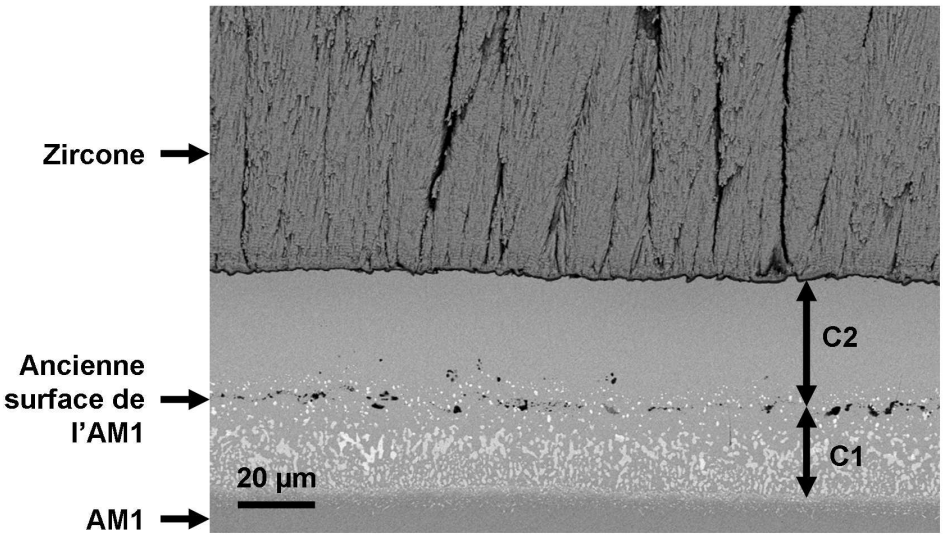


Figure 2.2 – Microstructure brute d'élaboration d'une sous-couche $(Ni,Pt)Al$ d'un revêtement barrière thermique

La zone $C2$ se situe au dessus de l'ancienne surface de l'AM1 et est constituée d'une

phase $\beta-(Ni,Pt)Al$ possible par la grande solubilité du platine dans la phase $\beta-NiAl$.

Quatre préparations différentes de sous-couches ont été utilisées durant cette thèse afin d'étudier leur adhérence par LASAT. Elles sont résumées ci-dessous :

- Préparation I : Gamme standard SNECMA
- Préparation II : Gamme standard SNECMA, mais sans Pt dans la sous-couche
- Préparation III : Gamme standard SNECMA, avec un sablage fort de la sous-couche avant EB-PVD
- Préparation IV : Gamme standard SNECMA, avec un polissage de la sous-couche avant EB-PVD

La préparation I est la référence de l'étude. Sans indication contraire, les résultats et discussions par la suite seront sur ce type d'échantillons.

La gamme II s'intéresse au rôle de la métallurgie de la sous-couche et en particulier du Pt. L'étape d'électrodéposition n'a pas été réalisée sur ces échantillons. L'aluminisation a bien eu lieu en revanche. Ainsi, le superalliage est revêtu d'une phase $\beta-NiAl$ en $C2$ sur la figure 2.3 et comporte aussi une région d'interdiffusion ($C1$). En revanche, dans ce cas le Pt n'est pas présent dans la phase β. Ce point se distingue bien en comparant les figures 2.3 et 2.2 qui sont des observations au MEB en électrons rétrodiffusés. Ce mode d'observation fait ressortir en clair les éléments lourds. En l'absence de Pt dans la préparation II, la phase $\beta-NiAl$ ressort sombre en comparaison à l'AM1. Avec du Pt dans la sous-couche, la phase $\beta-(Ni,Pt)Al$ ressort claire par rapport au même AM1. La présence du Pt en substitution du Ni permet ce changement de contraste.

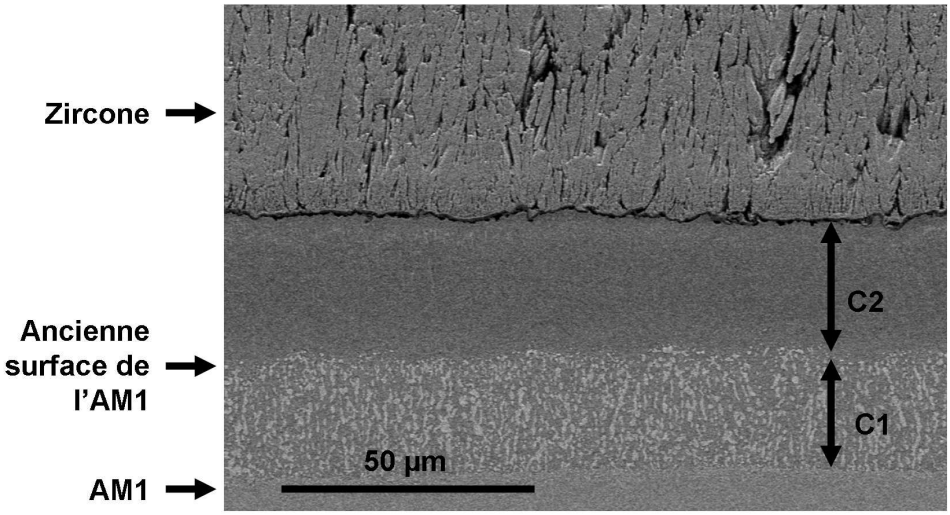


Figure 2.3 – Microstructure brute d'élaboration d'une sous-couche Ni,Al obtenue par aluminisation

Les préparations III et IV possèdent des sous-couches identiques en composition à la préparation I (Fig. 2.2), mais avec des rugosités différentes. Les échantillons de la gamme

III ont été sablés avec une pression plus importante. L'objectif est ici de produire une rugosité plus prononcée de la sous-couche.

À l'inverse, la préparation *IV* a été polie au drap SiC600. Cette opération permet de supprimer, ou de réduire, les crêtes formées à la surface de la sous-couche par les joints de grains.

2.1.3 La zircone partiellement stabilisée à l'Yttrine

Les dépôts céramiques de cette étude ont été réalisés par CCC (Ceramic Coating Center) à Châtellerault. Cette structure est une joint venture entre Snecma et la société MTU. CCC se consacre exclusivement à la production des revêtements de zircone EB-PVD, prenant en charge la préparation de surface (sablage et pré-oxydation) avant revêtement, le dépôt, et un traitement thermique éventuel après revêtement. La structure de travail de CCC est entièrement organisée autour de l'enceinte EB-PVD. En effet, la complexité du procédé et sa dimension font de l'installation l'élément central de l'usine.

L'étape de revêtement EB-PVD se fait directement après la préparation de surface. Les dépôts EB-PVD sont généralement utilisés sur les pièces tournantes des turbines aéronautiques. Ce procédé est très couteux et complexe à maitriser. Cependant, dans certaines conditions il fournit une microstructure de zircone colonnaire (Fig. 1.7(b)), qui présente le gros avantage d'accommoder les différences dilatométriques entre le substrat et la céramique. Ce problème est un des phénomènes majeurs entrainant l'écaillage des barrières thermiques. Durant le procédé d'EB-PVD, la microstructure et la texture obtenues sont dépendantes de la rotation des pièces, de la pression dans l'enceinte et surtout de la température du substrat vis-à-vis de la température de fusion du matériau déposé [MD69]. Le contrôle de la rotation des échantillons n'est pas problématique, par contre il est plus délicat de maîtriser la pression de l'enceinte et la température de l'échantillon pendant qu'une cible céramique est vaporisée par un faisceau d'électrons.

Une autre difficulté vient également de la gestion du faisceau d'électrons en cours de dépôt. Celui-ci est responsable de la vaporisation des cibles constituées de deux cylindres de zircone yttriée. L'énergie apportée doit être suffisante pour vaporiser la matière en surface mais ne doit pas être trop forte pour éviter la surchauffe du cylindre en profondeur. De plus, si le flux de vapeur généré est trop important, cela affectera la microstructure obtenue. D'un autre côté, à trop faible énergie, il y a un risque fort d'une coupure du faisceau d'électron.

Dans le cas de conditions maitrisées, trois grandes familles de microstructures sont définies en fonction de la température du substrat (Fig. 2.4). Pour la zone 1, les adatomes ont peu de mobilité en surface car ils possèdent une faible énergie thermique et la croissance du dépôt est donc dans la direction du flux de vapeur. La microstructure est composée de colonnes avec des surfaces en forme de dôme. Chaque colonne est en fait

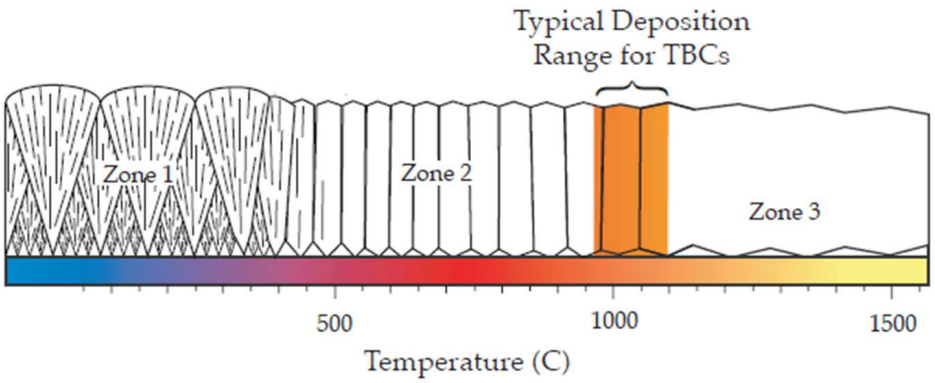


Figure 2.4 – Principales structures obtenues via des techniques PVD pour des revêtements de zircone, adapté de [MD69]

constituée de colonnes fines, inférieures à 400 nm de diamètre, ce qui donne à ces dépôts une faible résistance mécanique.

La zone 2 est là où les adatomes ont suffisamment d'énergie pour diffuser en surface. La structure est colonnaire mais cette fois avec des sommets en facettes, correspondant aux plans cristallins favorables pour l'arrangement des atomes. Dans cette zone, le diamètre des colonnes augmente avec la température du substrat.

Enfin, en zone 3, les adatomes ont une forte énergie thermique qui provoque une structure en grains équiaxiaux. Dans le cas des dépôts EB-PVD pour barrières thermiques, la zone recherchée est en haut de la zone 2, proche de la zone 3.

La base du dépôt des microstructures employées dans les turbines aéronautiques est composée de nombreuses colonnes de diamètre inférieur au micron. La croissance du revêtement va faire grandir ces colonnes en hauteur (épaisseur du dépôt) mais aussi en diamètre (de l'ordre de 10 μm en surface du dépôt)(Fig. 2.5). Ainsi, certaines colonnes, qui possèdent une orientation cristallographique favorable pour leur croissance, vont prendre le dessus sur les autres. Ce phénomène est très visible à la base du dépôt (Fig. 2.5), où une majorité de colonnes s'efface au profit d'une minorité qui continue sa croissance. En général les épaisseurs utilisées avec le procédé EB-PVD ne dépassent pas les 200 μm.

Il est aussi observé que l'orientation cristallographique dans la direction normale à sa surface, ou texture hors du plan, des revêtements de zircone yttriée par EB-PVD pouvait varier. Au début de la croissance du dépôt, la germination sur la couche native et rugueuse d'alumine génère des grains d'orientation aléatoire. Ensuite, suivant les paramètres de déposition, et en particulier la température et la rotation des échantillons, la croissance de certaines orientations cristallographiques sera favorisée. De façon générale, pour les échantillons en rotation durant l'EB-PVD, l'orientation hors plan sera <100> et pour des échantillons statiques de nombreuses orientations peuvent être obtenues suivant la température et l'orientation du substrat vis-à-vis du flux de vapeur [TER01] [BER01].

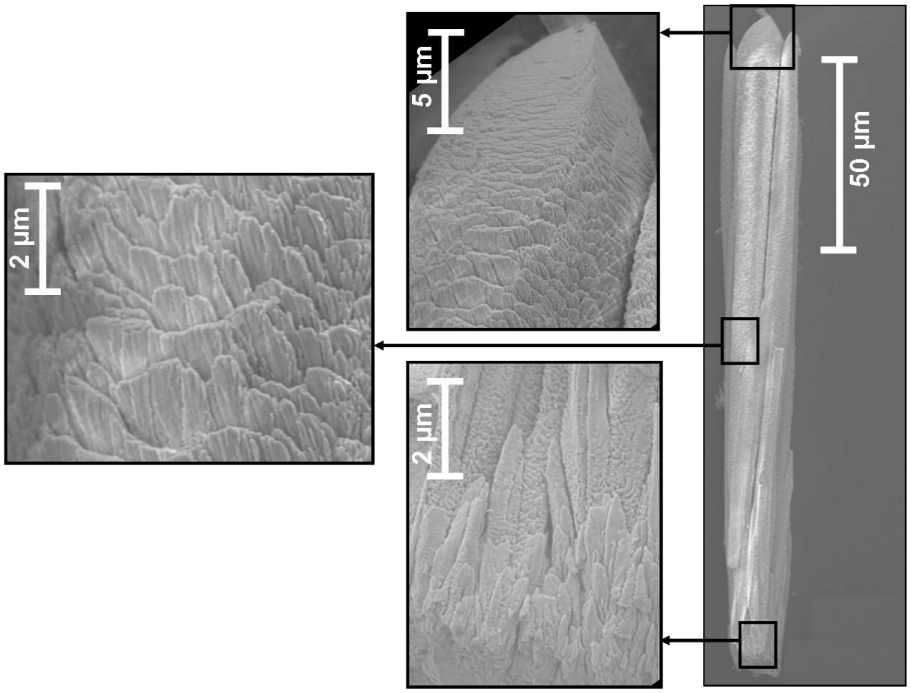


Figure 2.5 – Vue générale et en détails des colonnes de zircone obtenues par le procédé EB-PVD

Dans le cas des revêtements barrières thermiques aéronautiques, les échantillons sont en rotation lors du cycle d'EB-PVD. Les premiers grains de zircones germant sur la couche d'alumine sont aléatoirement orientés. Les grains possédants l'orientation, vis-à-vis du flux de vapeur, la plus favorable pour leur croissance prendront le dessus sur les autres. Dans le cas des échantillons en rotation, et pour des températures de substrat comprises entre 900 et 1100°C, ce sont les cristaux orientés <100> hors plan qui prennent le dessus sur les autres.

L'aspect de la surface des colonnes est très représentatif des mécanismes de croissance du revêtement. Les dépôts conventionnels vont présenter des sommets de colonnes en 4 facettes, comme des cristaux. Cette géométrie provient de deux facteurs : l'orientation des plans cristallins suivant lesquels la croissance s'effectue et la rotation des échantillons qui produit un phénomène dit de "sunset" et "sunrise" (Fig. 2.6). Le mouvement de rotation des échantillons durant l'EB-PVD entraine une croissance des colonnes en plusieurs temps. Quand la surface de l'échantillon est à un angle de 0 à 90° du flux de vapeur, juste deux facettes des colonnes sont exposées à la source. De 90 à 180°, ce sont les deux autres facettes qui peuvent croître sous le flux de vapeur.

La réalisation de la zircone par EB-PVD nécessite une maitrise parfaite des températures, pressions, gaz, positionnement et rotation de pièces afin de maîtriser la microstructure obtenue. La variation d'un des paramètres peut suffire pour obtenir des colonnes de zircones différentes en modifiant le régime de croissance (partie 3.1).

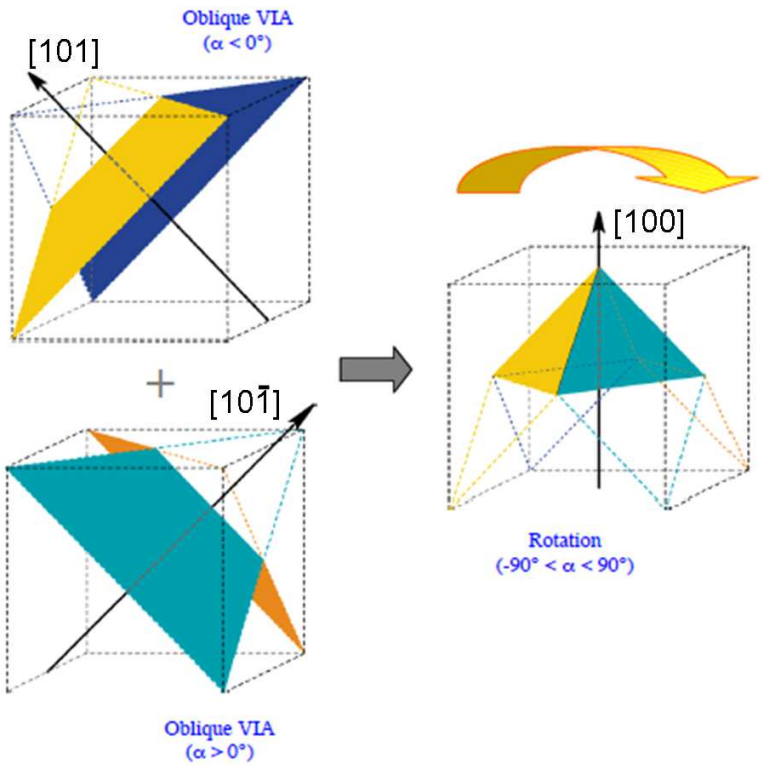


Figure 2.6 – Mécanisme de croissance cristallographique pour des échantillons en rotation [TER01]

2.1.4 Les traitements thermiques

Suite au dépôt de zircone, les revêtements subissent un traitement thermique sous vide pendant une heure à 1100 °C. Dans certains cas, un second traitement thermique, dit de blanchiment, est réalisé sous air entre 500 et 750 °C pendant 30 minutes au minimum. Il a simplement un rôle esthétique.

Pour le cyclage thermique qui permet de déterminer la durée de vie d'une barrière thermique (paragraphe 1.2.2), un mécanisme de prise de vue réalise plusieurs images à chaque fin de cycle thermique et permet donc de repérer au cycle prêt, les écaillages survenus (Fig. 2.7). Un échantillon est considéré comme écaillé quand 20% de sa surface totale de zircone n'est plus visible à sa surface.

2.1.5 Préparations des échantillons avant l'essai LASAT

Dans la thèse, certains échantillons subissent juste le cyclage thermique (paragraphe 1.2.2) pour déterminer leur durée de vie, ou seulement des essais LASAT, ou les deux. Afin de pouvoir comparer les résultats entre tous les essais, des préparations spécifiques ont dû être réalisées.

Pour l'application du choc LASAT, les échantillons ont été polis en face arrière afin

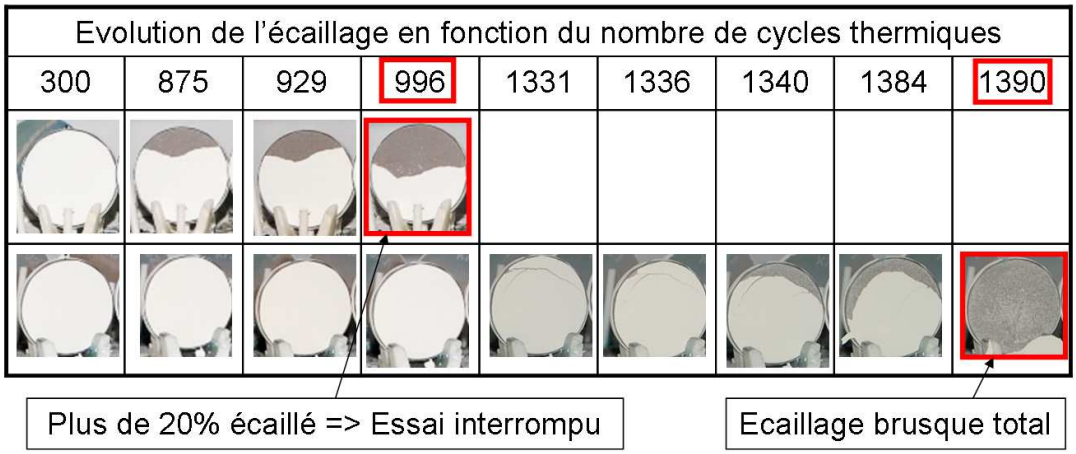


Figure 2.7 – Exemple du suivi photographique de l'écaillage par cyclage thermique pour la détermination de la durée de vie de deux échantillons pions

d'enlever les couches de céramique (zircone et alumine). Pour avoir un état de surface pour l'application du choc proche entre tous les pions, le polissage a été finalisé au drap SiC1200. Cette opération de suppression de la barrière thermique par polissage sur l'arrière du pion a été réalisée sur tous les pions, même ceux non destinés au LASAT. En effet, comme les durées de vie seront recherchées après les chocs LASAT, il est impératif que les pions soient identiques pour que les résultats de durées de vie soient comparables.

De plus, quelques essais préliminaires de cyclage thermique ont montré que l'écaillage s'initie souvent par la périphérie du pion et se propage cycle après cycle sur les faces. Les échantillons réceptionnés possédaient de fortes variations au niveau des bords chanfreinés, certains chanfreins étant presque nuls. Afin d'éviter une influence de ces défauts de forme et aussi de la rupture au niveau du disque, les pions ont tous été polis sur les chanfreins (Fig. 2.8).

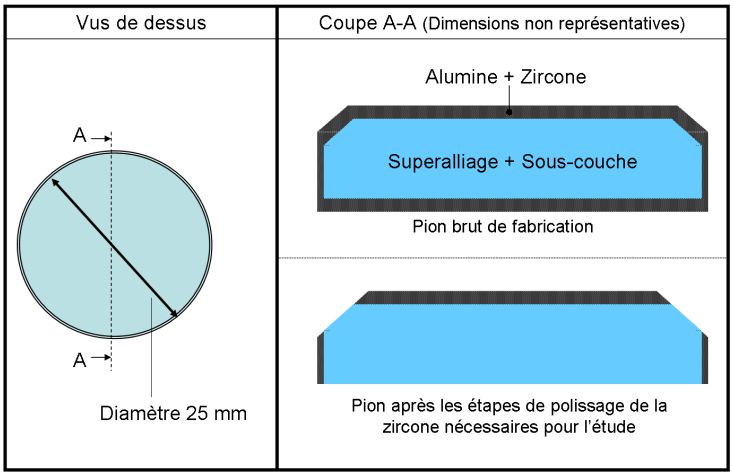


Figure 2.8 – Schémas des zones où la zircone a été supprimée par polissage

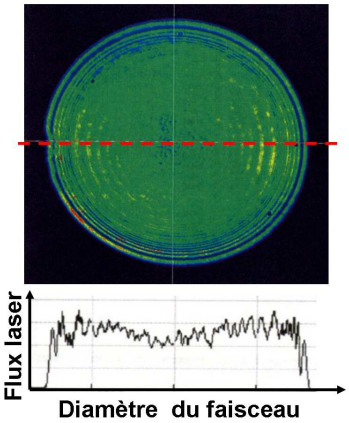
2.2 Essai d'adhérence par choc laser : LASAT

2.2.1 Équipement de choc laser du Centre des Matériaux

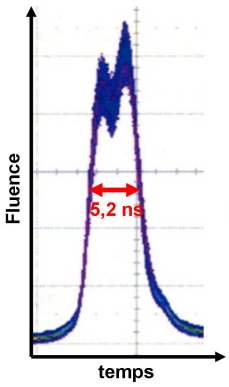
Le Centre des Matériaux de l'école des Mines de Paris s'est doté courant 2009 d'une installation laser nanoseconde (Fig. 2.9). L'équipement a été conçu par Thales et financé pour partie dans le cadre d'un projet ASTRE du conseil général de l'Essonne.

Figure 2.9 – Vue d'ensemble de l'installation LASAT du Centre des Matériaux

La source laser est un modèle SAGA de Thales Laser. Ce laser $Nd : YAG$ délivre jusqu'à 2 J à 532 nm. Il est conçu pour travailler en mode pulsé avec une fréquence de tir de 10 Hz par défaut. Son logiciel de gestion permet aussi de travailler en mode mono-tir. C'est dans ce cas là qu'est réalisé le choc laser dans le cadre d'un essai LASAT, car il est nécessaire de n'avoir qu'une seule impulsion. La durée moyenne des impulsions est de 5,2 ns et sa répartition spatiale se rapproche d'un profil top-hat (Fig. 2.10).



(a) Répartition spatiale de l'énergie au sein du faisceau laser



(b) Profil temporel de l'impulsion laser

Figure 2.10 – Caractéristiques spatiales et temporelles de la source laser SAGA du Centre des Matériaux

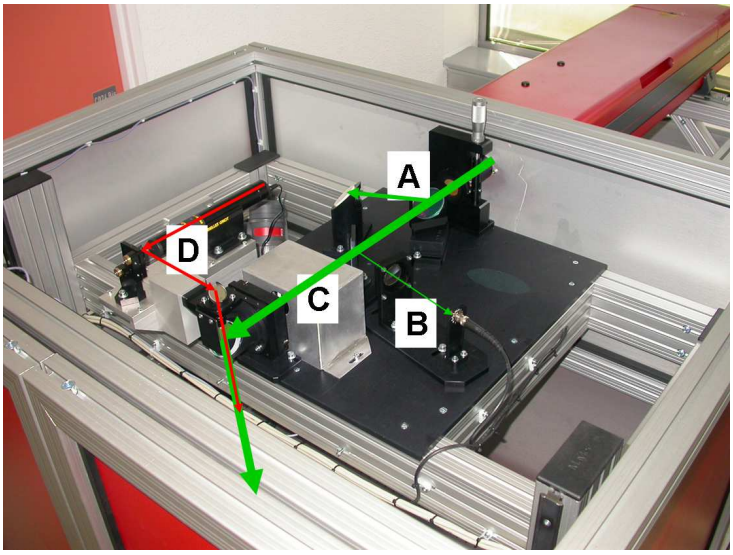


Figure 2.11 – Caractéristiques du système optique de la source laser SAGA du LASAT du Centre des Matériaux

À la sortie de la source SAGA, le faisceau laser chemine au travers de plusieurs éléments optiques notés de A à C sur la figure 2.11.

Le bloc A se situe directement après la source laser. C'est à ce niveau que l'énergie est régulée. En effet, la source fournit une énergie constante en sortie, proche de 2 J. Pour les essais LASAT, elle doit être ajustée à différentes valeurs suivant les cas. La zone A permet de réduire l'énergie incidente entre 0,1 et 2 J par un système de polarisation ajustable par une vis micrométrique et une lentille réfléchissante.

Le secteur B permet de mesurer l'énergie laser du faisceau qui reste après la zone A. Une lentille avec un taux de réflexion connu dévie une partie du faisceau sur une photodiode. Un affichage permet d'avoir le relevé en Joule en temps réel.

Ensuite, l'impulsion laser arrive en C sur un obturateur. Ce dernier est fermé pendant l'étape de réglage de l'énergie. Quand le flux laser a été réglé par les secteurs A et B, l'obturateur en C peut être ouvert pour appliquer une impulsion sur la cible.

En D, se situe un laser rouge de faible énergie, qui est renvoyé dans le même axe que le laser de puissance. Il permet de travailler sur le positionnement précis de l'échantillon et de pointer la zone de choc visée.

L'impulsion laser est ensuite dirigée vers la table de travail (Fig. 2.12) où se situe l'échantillon. Il passe alors une lentille E de focalisation qui permet de réduire le diamètre du faisceau, qui est à l'origine de 2,2 mm afin de concentrer l'énergie de choc sur une surface limitée. Le positionnement de cette lentille peut être géré par électronique afin de maitriser la distance lentille-surface de l'échantillon. Ce système permet de contrôler et de modifier avec précision le diamètre du choc. L'échantillon se situe sur deux platines motorisées aussi (en F) qui permettent un positionnement précis et régulier de l'impact laser à la surface du substrat.

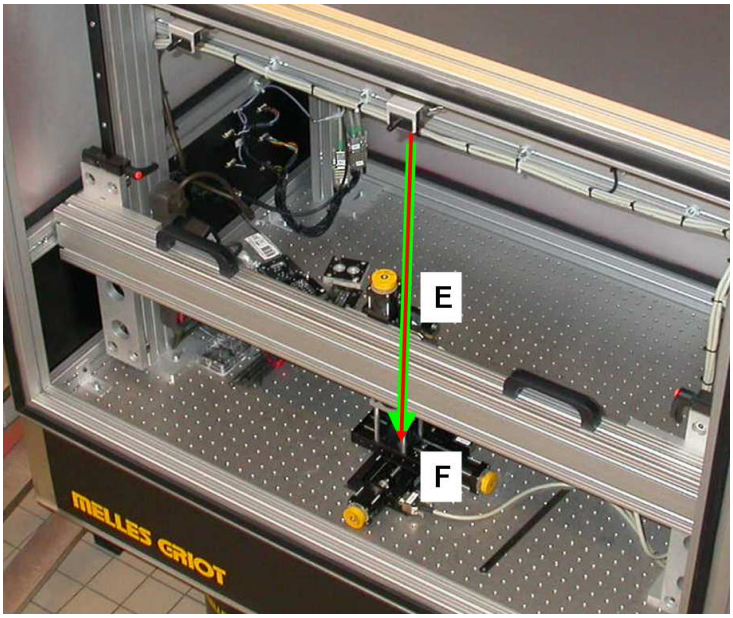


Figure 2.12 – Zone de travail de l'équipement LASAT

L'application d'un choc laser sur un échantillon suit les étapes suivantes :
- Positionnement de l'échantillon avec le laser faible énergie et les platines en x et y
- Réglage de la position de la lentille de focalisation et donc du diamètre de choc
- Mise en place du milieu de confinement (eau)
- Fermeture du caisson de sécurité
- Réglage de l'énergie laser en mode impulsionnel 10 Hz de la source SAGA
- Passage en mode mono-impulsionnel
- Ouverture de l'obturateur
- Tir d'une seule impulsion laser sur la cible
- Relevé de l'énergie du choc

2.2.2 Équipement VISAR

L'application d'un choc laser par LASAT engendre la formation et la propagation des ondes de choc dans la cible (paragraphe 1.2.3). L'arrivée des ondes à la surface libre du revêtement est une information qui permet de détecter la formation ou non d'une décohésion interfaciale (Fig. 1.33). Un système VISAR, pour Velocity Interferometer System for Any Reflector, peut mesurer les faibles et rapides déplacements de la surface du revêtement pendant les débouchés des ondes de choc. Il se place en vis-à-vis du choc laser (Fig. 2.13). Le VISAR utilisé pendant ces travaux pour calibrer le choc de cette nouvelle installation LASAT est constitué d'une source laser continue VERDI de 5 W à 532 nm, d'un interféromètre de type Michelson et d'un système d'acquisition par oscilloscope. Le faisceau laser continu est guidé à la surface du revêtement, dans l'axe du choc, avec une fibre optique. La réflexion du laser sur cette surface est collectée et introduite dans un

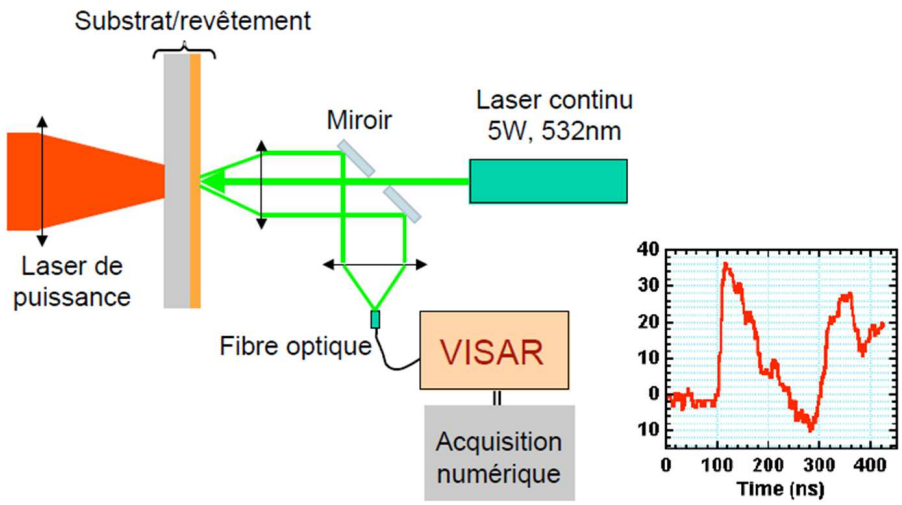


Figure 2.13 – Schéma d'un dispositif LASAT avec diagnostic VISAR [BAB+01]

interféromètre de Michelson. La formation des franges d'interférence et leur défilement traduit un déplacement de la surface de réflexion (effet Doppler). Des photomultiplicateurs récupèrent ce signal et le transmettent à un oscilloscope pour l'acquisition et le traitement.

Durant cette thèse, le système VISAR mis à disposition par le laboratoire LCD de l'ENSMA a essentiellement servi pour réaliser des essais sur feuillards en aluminium afin de définir les principales caractéristiques de choc de l'installation LASAT du Centre des Matériaux (partie 6.1).

2.3 Caractérisation des interfaces et des microstructures

2.3.1 Préparations métallographiques

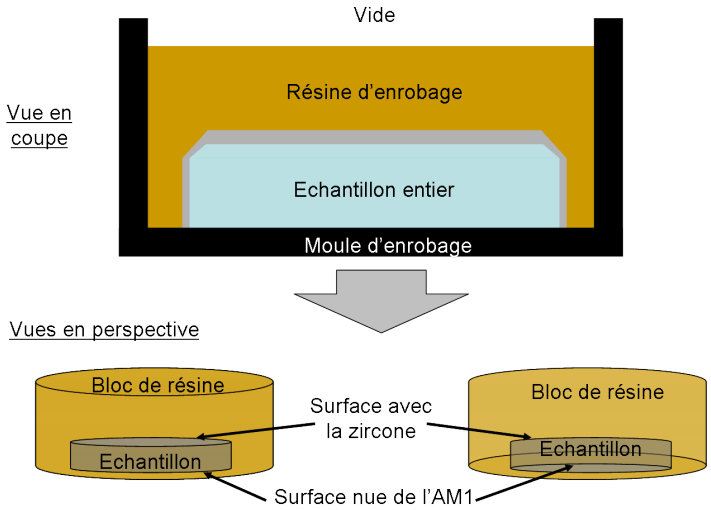
La préparation métallographique est un sujet critique quand il s'agit d'observer des matériaux poreux ou fissurés, d'autant plus s'il s'agit de céramiques. Les échantillons de cette étude possèdent une structure avec différentes formes de porosités, avec des fissures micrométriques et des décohésions de quelques millimètres générées par LASAT. Les étapes de découpe et d'enrobage ont donc été réalisées avec un protocole particulier (Fig. 2.14).

La première difficulté est la découpe de l'échantillon sans générer de nouvelles fissures ou même écailler totalement la zircone. Pour éviter cela, le choix a été fait d'enrober au préalable l'échantillon. La découpe est réalisée sur le bloc pré-enrobé, puis un second enrobage est réalisé pour permettre les étapes suivantes de polissage.

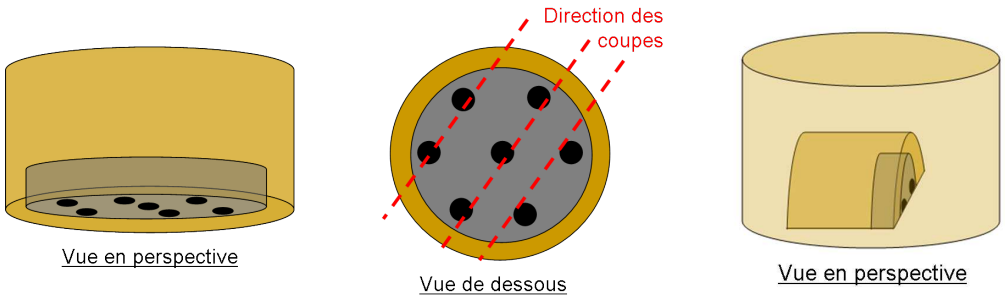
Le premier enrobage consiste à disposer l'échantillon entier dans un moule d'enrobage,

avec la surface métallique, sur laquelle les chocs laser ont été appliqués, en appui sur le fond du moule (Fig. 2.14(a)). L'enrobage s'effectue à vide avec une résine à polymérisation lente (10 h) à température ambiante. Le vide permet la pénétration de la résine dans les porosités et les fissures connectées à la surface. La polymérisation lente à température ambiante limite le retrait et les contraintes générées par la dilatation avec la température des résines dites "à froid" mais qui polymérisent en étuve à $50 - 75°C$.

L'étape suivante consiste à réaliser la découpe. Dans ce cas, comme l'échantillon est stabilisé par l'enrobage précédent, aucune précaution particulière n'est nécessaire. La position de la face de choc pendant le pré-enrobage permet d'avoir la visualisation directe de la surface choquée. Comme les coupes vont rechercher les zones de choc, le positionnement de la meule de coupe est facilité par la vue des traces de choc (Fig. 2.14(b)). Ce point est aussi un avantage de cette méthode, car le préparateur ne peut pas utiliser les taches blanches dans la zircone pour se repérer car elles sont trop difficiles à distinguer sous un éclairage simple. Il est donc aisé de se repérer par les taches d'impact laser qui se trouvent en vis-à-vis des décohésions dans la zircone.



(a) Enrobage sous vide avec l'échantillon à plat



(b) Directions des coupes suivant les taches laser sur le substrat

(c) Enrobage final

Figure 2.14 – Enrobage final des plans de coupes

Enfin, un ré-enrobage à froid avec la même résine que pour la première étape est réalisé. Ici, l'objectif est de placer les faces à observer (plans de coupe) dans l'orientation et dans la forme d'enrobage (Fig. 2.14(c)) nécessaires pour le polissage et l'observation microscopique ultérieure.

Les étapes de polissage suivantes ne possèdent pas de particularités. Il est cependant nécessaire de réaliser une progression régulière entre les grains des draps. La finition s'effectue par des solutions diamantées de 3 et 1 μm en suspension.

2.3.2 Observations microscopiques par MEB

La microscopie électronique à balayage (MEB) est le principal outil de toutes les caractérisations réalisées dans l'étude. Son principe repose sur l'interaction entre un faisceau d'électrons accélérés incident avec la surface d'un échantillon. Les rayonnements et électrons émis renseignent sur la topographie de la surface et aussi sur la composition chimique.

Durant cette thèse, trois utilisations en ont été faites. La première est l'observation en électrons secondaires. Les chocs entre les électrons incidents et la surface génèrent des chocs inélastiques et la réémission de ces électrons appelés secondaires. Ils renseignent essentiellement sur le profil de la surface, les porosités et les fissures. Ensuite, l'interaction génère aussi des électrons rétrodiffusés qui renseignent, eux, essentiellement sur le numéro atomique des atomes. Leur utilisation permet de distinguer des phases. La dernière utilisation faite est l'analyse des rayonnements X par EDX pour caractériser la composition et la nature de certains nodules observés.

Le MEB a été utilisé pour observer des coupes métallographiques et aussi des fractographies afin de comprendre les endommagements ou d'observer les microstructures. Toutes les observations MEB de l'étude ont été réalisées avec les équipements "LEO 1450VP" et "ZEISS GEMINI DSM982" du centre des matériaux.

2.4 Observations non destructives après choc laser

L'observation des barrières thermiques après choc laser a pour but de détecter et de dimensionner les éventuelles fissures formées par les ondes de choc. Il est possible de mettre en évidence ces fissures par différentes approches, comme l'utilisation du comportement optique de la zircone ou les relaxations des contraintes générées par les décohésions.

2.4.1 Observations de la tache blanche

Dans certains cas après LASAT, les barrières thermiques EB-PVD font ressortir une tache blanche, qui correspond à une modification de leur comportement optique dans le revêtement en vis-à-vis du choc. Cette réponse du matériau, qui a déjà été observée pour

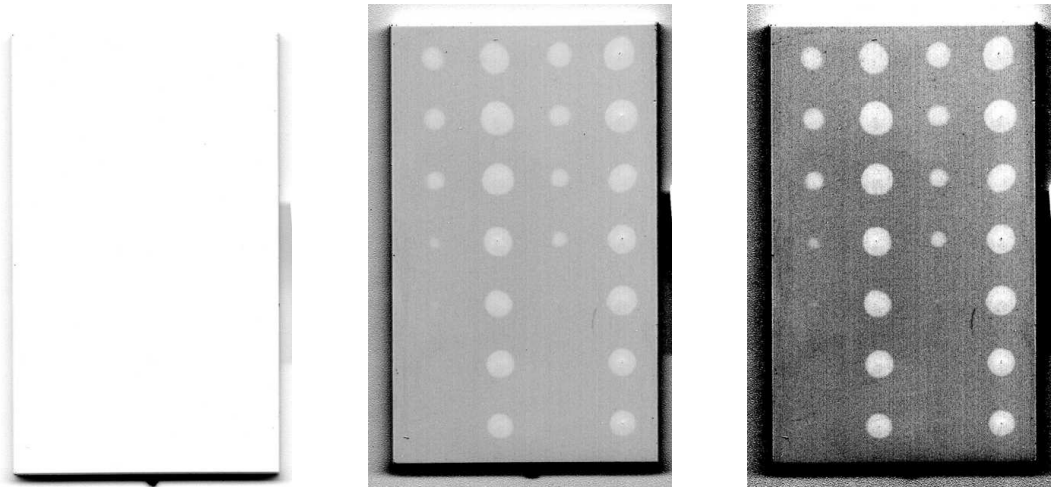
de l'hydroxyapatite [GJB+10], est cependant sensible à observer et dépend des conditions d'éclairage et de l'historique du revêtement.

2.4.1.1 Image optique par scanner numérique à plat

Ce phénomène est visible à l'œil nu, mais il ressort difficilement avec les appareils classiques d'imagerie. Ainsi, avec un scanner conventionnel, l'éclairage est trop intense et la blancheur de la zircone apparait homogène. Pendant l'acquisition de l'image numérique, il est donc nécessaire de pouvoir modifier le contraste et l'intensité. Ceci a été réalisé à l'aide d'un scanner numérique EPSON EXPRESSION 1640XL. Une première image est réalisée avec les paramètres automatiques. Ensuite, un cadrage est appliqué pour sélectionner les échantillons et améliorer les contrastes sur l'ensemble de la zone. Enfin, le contraste et l'intensité sont ajustés manuellement et en parallèle pour obtenir la meilleure distinction des taches.

Il a été recherché des paramètres reproductibles de gain en contraste et en intensité pour tous les échantillons mais comme chaque revêtement possède son propre comportement optique du fait de sa microstructure, son épaisseur, son vieillissement thermique ou encore la présence ou non de résidus en surface, chaque dépôt de zircone a nécessité un réglage particulier.

La figure 2.15 présente l'impossibilité de visualiser les taches avec les paramètres par défaut d'un scanner numérique (Fig. 2.15(a)). La modification des gains en contraste et en brillance permet faire plus ou moins ressortir les taches (Fig. 2.15(b) et 2.15(c)).



(a) Coefficients des gains : 0 en contraste et 0 en brillance

(b) Coefficients des gains : 75 en contraste et 100 en brillance

(c) Coefficients des gains : 93 en contraste et 100 en brillance

Figure 2.15 – Images optiques numériques d'une plaque de barrière thermique après chocs laser

2.4.1.2 Caméra multispectrale

Lumiere Technology est une société française fondée par Pascal Cotte et Jean Penicaut en 1989, ayant mis au point un procédé unique au monde de numérisation multispectrale haute définition. L'aspect multispectral de cette technologie permet de décomposer l'image en 12 voire 13 couleurs dont certaines hors du visible : UV et infrarouge. L'utilisation est actuellement surtout dévolue à l'analyse des peintures de maîtres comme la Joconde. L'objet est éclairé sous lumière blanche et enregistré par la caméra multispectrale. En dehors de la haute résolution spatiale des images, l'intérêt est de produire des cartographies avec différentes longueurs d'ondes qui pénètrent et se réfléchissent dans et à la surface des couches. Il est possible de mettre en évidence les techniques des peintres, des couches inférieures, et la nature des différents pigments. L'objectif ici est d'établir des images des échantillons après LASAT à des longueurs d'ondes spécifiques, et non pas en utilisant toute la lumière du visible comme c'est le cas des appareils traditionnels d'imagerie.

2.4.1.3 Mesures de la réflectance d'une barrière thermique

Pour approfondir l'origine du phénomène de la tache blanche, des mesures de réflectance ont été faites avec l'aide de Mady Elias de l'INSP (université Pierre et Marie Curie de Jussieu). Ces mesures consistent à focaliser un faisceau homogène en longueur d'onde dans le visible, à l'aide d'une fibre optique, et de mesurer la lumière réfléchie par le matériau.

La zircone parait blanche visuellement, mais cette méthode révèle des différences de réflexion en fonction des longueurs d'onde (Fig. 5.2). La difficulté est d'avoir un faisceau suffisamment petit pour analyser seulement l'emplacement de la tache blanche qui ne fait que quelques millimètres de diamètre. Cette technique va permettre de rechercher le spectre de réflectance de la zircone avec une tache blanche.

2.4.2 Observation des contraintes internes à la barrière thermique

Les barrières thermiques présentent des contraintes résiduelles très importantes dans les couches de céramique. La formation d'une fissure par LASAT permet leur relaxation partielle. La rupture des liaisons entre les couches autorise par exemple la formation de bombés au sein de la zircone. À l'œil, ces cloques sont difficiles à observer. Pour compenser, deux techniques sont utilisées : la lumière rasante et la profilométrie. Il est aussi possible de visualiser indirectement l'atténuation des contraintes, mais cette fois au sein de la couche d'alumine, par la piézospectroscopie (partie 1.3.2).

2.4.2.1 Observation macroscopique en lumière rasante

Cette méthode simple ne peut être employée que sur des revêtements de barrière thermique initialement plans. Dans un environnement sombre, un éclairage est placé à la hauteur de la surface de la zircone et orienté vers cette dernière. Les déformations en surface seront alors mises en évidence par leur ombre qui sera d'autant plus prononcée que l'angle d'éclairage sera faible. Il est aussi possible de distinguer des petits nodules de surcroissance en surface de la zircone (Fig. 2.16).

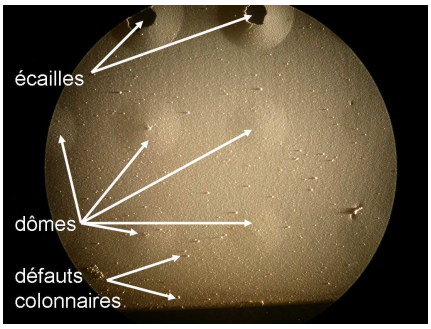


Figure 2.16 – Observation en lumière rasante d'une barrière thermique après chocs LASAT. Mise en évidence de deux écaillages, de plusieurs cloques et de nodules en surface de la zircone

2.4.2.2 Profilométrie optique

La profilométrie permet de mesurer le relief d'une surface. La méthode ici utilisée est la profilométrie optique. Avec un capteur confocal chromatique, la lumière est focalisée proche de la surface de l'échantillon, à différentes profondeurs en fonction de la longueur d'onde. La couleur du rayonnement réfléchi est analysée et en est déduite la hauteur de la surface de l'échantillon. Cette analyse est réalisée par balayage en x et en y pour produire la topographie complète et reconstruire une image 3D de la surface (Fig. 2.17).

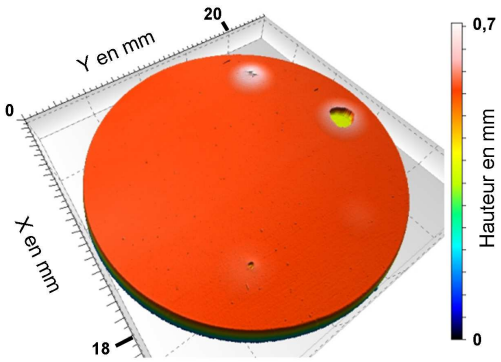


Figure 2.17 – Cartographie par profilométre optique d'une barrière thermique après LASAT

Il est alors possible de tracer le profil de la surface le long d'un plan de coupe, pour mesurer la rugosité ou l'étendue et la hauteur d'un bombé de la zircone. Cette technique est utilisée dans cette étude pour dimensionner la hauteur des cloques après décohésion par LASAT. Le profilométre optique utilisé au Centre des Matériaux est un Altisurf-500 de la société Altimet.

2.4.2.3 Piézospectroscopie

La piézospectroscopie est basée sur l'étude des spectres de la fluorescence émise par les ions Cr^{3+} contenus dans la couche d'alumine. Ces atomes fluorescent à une longueur d'onde variable en fonction des contraintes dans l'alumine (paragraphe 1.3.2). Dans cette étude, l'objectif est de cartographier l'ensemble de la surface afin d'observer des variations de contraintes dans la couche d'alumine, et ainsi de détecter les décohésions. Or, il serait trop long de faire un relevé spectral en chaque point de la surface d'un revêtement. La méthode développée par l'ONERA, consiste à relever seulement l'évolution de l'intensité de la fluorescence point par point. Cette technique réduit le temps d'acquisition et le volume de données. En plus, il est observé que l'intensité et l'évolution dans le temps du signal de la fluorescence sont aussi dépendantes de l'état de contrainte des ions de chrome. Bien que ces phénomènes ne soient pas encore expliqués complètement, ces résultats sont observés et exploités par l'ONERA dans leur technique afin d'améliorer les performances d'acquisition de leur installation.

La figure 2.18 présente en un point de l'échantillon le relevé de l'intensité de la fluorescence. Quatre zones apparaissent. À $t = 0\ s$, le laser d'excitation commence son impulsion. Le système mesure en simultané le signal émis par l'échantillon. Dès le début de l'impulsion laser incidente, un fort signal est retourné, se traduisant par un saut de fluorescence à $t = 0\ s$ récoltée par la fibre optique.

De 0 à 5 ms, la croissance du signal est de forme logarithmique. Durant cette période, la source laser continue d'alimenter en énergie la barrière thermique sur le point analysé.

À $t = 5\ ms$, l'impulsion laser est coupée, et en simultané le signal de fluorescence chute d'une hauteur équivalente à celle du saut initial.

Au delà de ce temps, la fluorescence décroit exponentiellement.

Les quatre périodes traduisent différents phénomènes. À la mise en route de la source laser, un signal est directement émis par la barrière thermique. Il correspond à de la fluorescence provenant de la couche de zircone. Cette fluorescence est instantanée comparativement à la fluorescence des ions de chrome trivalents de la couche d'alumine. Ainsi, ce saut de fluorescence est un signal parasite qui se produit dès le passage du laser dans la barrière thermique. Ce signal atteint immédiatement son maximum.

Entre 0 et 5 ms, la croissance enregistrée en amplitude est le résultat de la fluorescence visée par la technique de piézospectroscopie sur barrière thermique. Ici, ce sont les atomes de chrome qui fluorescent et apportent l'augmentation du signal.

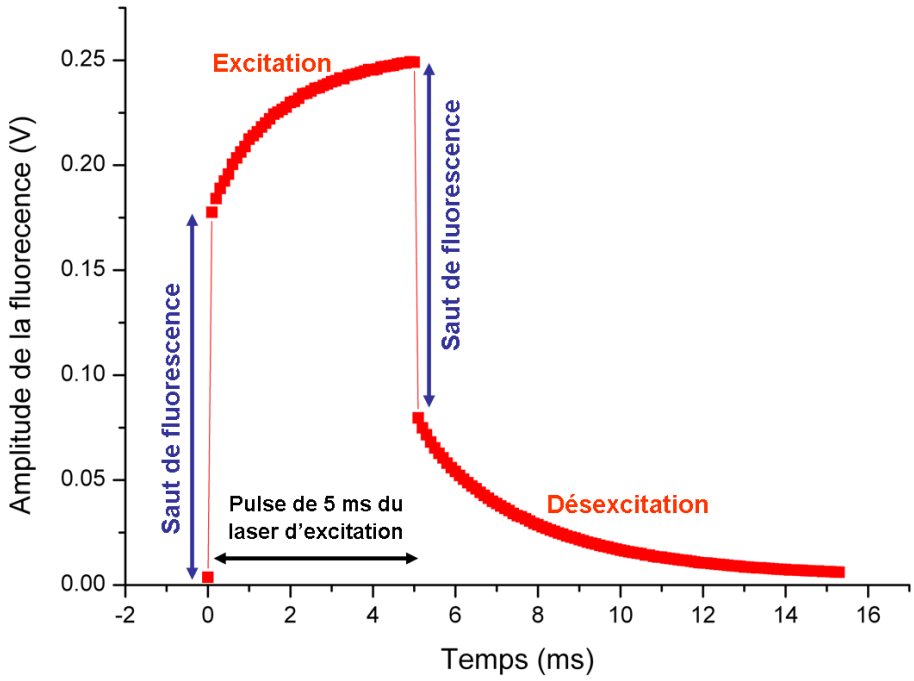


Figure 2.18 – Profil temporel de l'amplitude du signal de fluorescence émis par une barrière thermique EB-PVD

À l'arrêt du laser ($t = 5\ ms$), la fluorescence de la zircone chute immédiatement. Le saut obtenu est ainsi de la même intensité que le saut au moment de l'éclairement.

Puis, pour $t > 5\ ms$ les ions de chrome se désexcitent et émettent le signal de fluorescence dont l'évolution est exploitée. L'analyse de la durée de vie de la fluorescence des atomes de chrome ne tient compte que de cette dernière partie de la courbe. Quatre paramètres sont déterminés à partir de cette décroissance exponentielle. En chaque point de mesure, la diminution dans le temps de l'intensité de la fluorescence est analysée sous la forme de l'équation suivante :

$$I_F(t) = A \exp(-\frac{t}{\tau})^{\frac{1}{\gamma}} + B \tag{2.1}$$

Avec :

- A = Amplitude du signal de fluorescence
- τ = Durée de vie de la fluorescence
- γ = Exposant de la décroissance
- B = Résidu mathématique

Ainsi, en chaque point de la surface de l'échantillon, les paramètres A, τ, γ et B sont calculés et quatre cartographies, une pour chacun de ces coefficients, peuvent être tracées. La résolution spatiale de ces cartographies est dépendante des pas de balayage en X et Y, et de la focalisation du faisceau laser au travers de la zircone dans la couche d'alumine. Dans cette étude, elle est estimée proche de 100 μm.

Conclusion

Il a été réalisé quatre différentes préparations de barrières thermiques, pour lesquelles soit la composition de la sous-couche, soit le sablage avant le dépôt de zircone par EB-PVD, ont été modifiés. L'évolution et l'endommagement de ces mêmes revêtements seront caractérisés par coupes métallographiques et aussi par fractographie au MEB. L'essai LASAT du CdM sera appliqué sur ses échantillons pour juger de sa capacité à différencier des interfaces modifiées.

Les techniques sélectionnées pour la recherche non destructive de fissures dans la barrière thermique ont été le fruit de collaborations avec l'ONERA pour la piézospectroscopie, la société Lumière Technology pour la caméra multispectrale et L'INSP de Jussieu pour les mesures de réflectance.

Chapitre 3

Microstructures et comportements optiques de zircones yttriées EB-PVD

Sommaire

Introduction

La zircone appliquée par EB-PVD possède une microstructure colonnaire, qui influe sur le comportement mécanique de ce dépôt et donc sur la propagation des ondes de choc. Il est alors nécessaire de connaître en détail les structures colonnaires utilisées dans ces travaux et de les classer.

Dans le même sens, les propriétés optiques de la zircone vont s'avérer être un atout majeur dans la mise en place du LASAT sur les barrières thermiques EB-PVD. Sachant que le comportement optique d'une couche est lié à sa composition mais aussi à sa microstructure, cette partie va détailler l'influence des différentes microstructures colonnaires, employées durant cette thèse, sur la réponse optique du dépôt. Le rôle de la stœchiométrie sur la blancheur de la zircone sera aussi étudié.

3.1 Caractéristiques microstructurales et morphologiques des revêtements EB-PVD

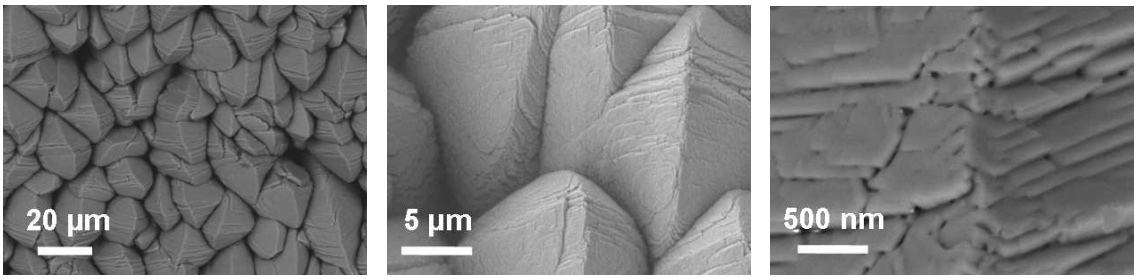
La réalisation de revêtements barrières thermiques par EB-PVD conduit à des microstructures colonnaires capables d'accommoder les contraintes thermomécaniques. En effet, l'orientation des colonnes obtenues par ce procédé tolère mieux les déformations par différences dilatométriques que les dépôts denses réalisés par projection plasma. Cependant, il est impératif de maîtriser la fabrication de ces dépôts céramiques et de connaître les variétés d'agencements colonnaires possibles qui peuvent ensuite affecter l'adhérence, la durée de vie de ces couches et la mise en œuvre de l'essai LASAT.

Pour cette thèse, une palette de microstructures colonnaires a été élaborée par EB-PVD. Dans les parties qui suivent, elles sont différenciées et classées en cinq familles d'échantillons en fonction des principales caractéristiques mises en évidence par les observations microstructurales et les analyses cristallographiques.

3.1.1 Microstructure de référence d'une zircone EB-PVD

La microstructure colonnaire obtenue par EB-PVD est généralement observée par des coupes métallographiques pour déterminer la hauteur et le diamètre des colonnes qui sont des critères d'acceptabilité des revêtements. Cependant, il parait intéressant d'examiner la surface du sommet des colonnes car cela informe sur le régime de croissance sous lequel le dépôt croît, et ce de manière non destructive. La figure 3.1 présente la surface des pointes des colonnes pour la microstructure souhaitée par Snecma, et les autres motoristes aéronautiques, dans le cadre des aubes d'une turbine haute pression.

Chaque colonne se distingue en son sommet par quatre facettes selon une pyramide à base carrée (Fig. 3.1(a)). L'intersection entre deux facettes d'une même colonne définit une



(a) Faible grossissement (b) Grossissement moyen (c) Fort grossissement

Figure 3.1 – Images MEB (BSE) à différents grossissements, et en vues de dessus, des sommets des colonnes de zircone yttriée déposée par EB-PVD

crête (Fig. 3.1(b)). Pour la majorité des échantillons, les crêtes de chacune des colonnes sont orientées suivant deux directions, perpendiculaires entre elles. Une première direction de crêtes forme un angle marqué entre les deux facettes (Fig. 3.1(c)) tandis que pour la seconde direction, les crêtes sont moins prononcées et se décomposent en sous-crêtes parallèles entre elles. Le passage entre les facettes adjacentes à cette orientation de crêtes génère une forme légèrement arrondie. Enfin, l'observation de la surface des facettes à très fort grandissement (Fig. 3.1(c)) montre une structure fine en strates.

L'orientation non aléatoire des crêtes, sur un même échantillon, et aussi leurs aspects à une échelle fine suivant leurs directions relatives sont dépendants de l'axe de rotation des échantillons en cours de dépôt (Fig. 3.2).

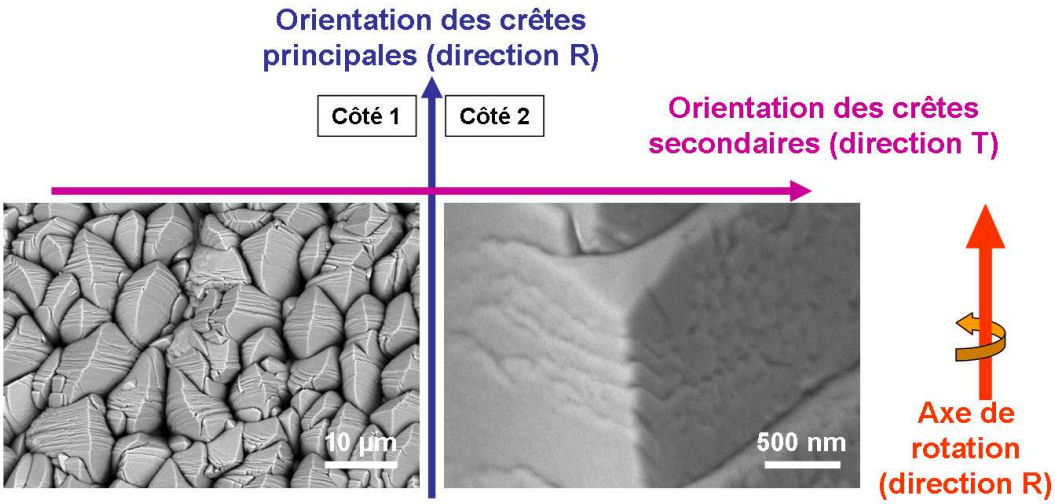


Figure 3.2 – Orientation des crêtes visibles aux sommets des colonnes de zircone

Dans l'enceinte EB-PVD (Fig. 3.3), les échantillons et pièces revêtus sont en rotation. Dans notre cas, les cibles de zircone yttriée sont placées en bas de la chambre. Elles sont vaporisées sous vide par des faisceaux d'électrons et le flux formé va recouvrir les pièces

en vis-à-vis. Le système de support des échantillons est en rotation dans une direction normale au flux de vapeur (Fig. 3.3). Ainsi la face à revêtir des éprouvettes n'est pas en permanence en regard du flux de vapeur. Ceci peut être comparé à un point sur la terre, qui est soit éclairé par le soleil (par analogie : la cible de zircone vaporisée), soit dans l'obscurité en fonction de la rotation de la terre sur elle-même. Dans le cas de nos dépôts, ce phénomène est responsable du mécanisme dit de "sunset" et "sunrise" [TER01] (Fig. 3.2).

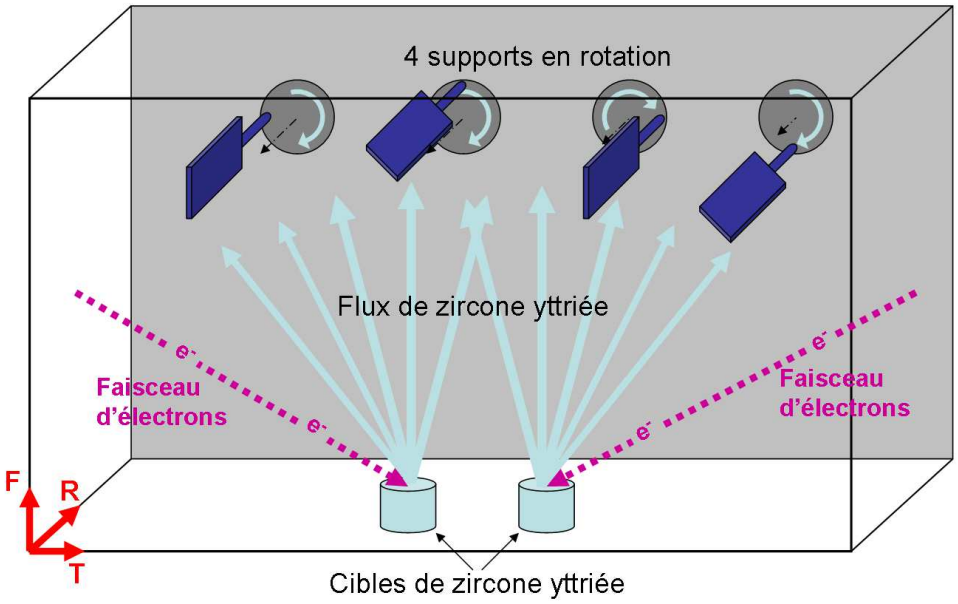


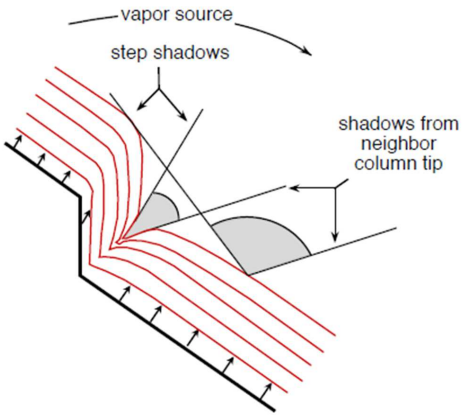
Figure 3.3 – Schéma de disposition des échantillons dans l'enceinte EB-PVD

Jusqu'à "midi", instant où la face à revêtir est normale au flux de vapeur, la croissance du dépôt est favorisée pour les facettes du côté 1 de la ligne des crêtes principales (Fig. 3.2). Après "midi", ce sont les facettes du côté 2 de la ligne des crêtes principales qui croissent. Ainsi, la rotation de l'échantillon perpendiculairement au flux de vapeur de zircone est responsable des crêtes bien prononcées entre les facettes.

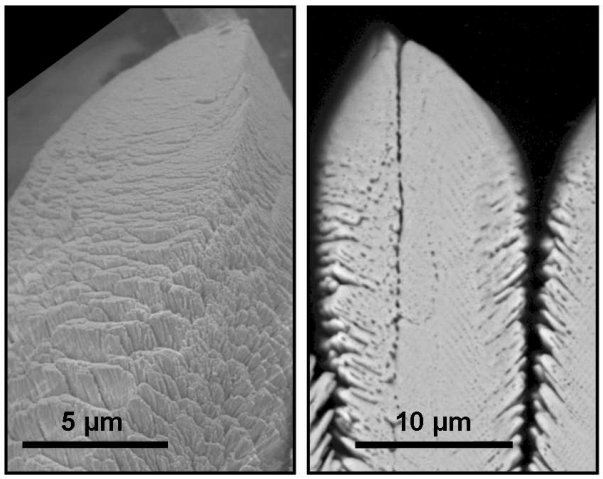
La seconde orientation des lignes de crêtes est le résultat de la disposition des plans cristallographiques de croissance. Dans le cas d'échantillons en rotation, il est généralement observé que les colonnes ont une orientation cristallographique <100> dans la direction normale à la surface du substrat, et que les facettes sont orientées <111>. Ce mécanisme qui induit quatre facettes au sommet des colonnes est décrit dans la figure 2.6. Ainsi, alors que la ligne de crêtes principales est fonction de la rotation, la seconde ligne de crêtes est inhérente à la croissance des plans cristallographiques selon la direction préférentielle <111>. À noter que pour certains échantillons, il est difficile de différencier ces lignes de crêtes car la géométrie des sommets des colonnes est plus complexe et se compose parfois de cinq arêtes.

Comme indiqué précédemment, la surface des facettes présente de fines marches qui

sont de plus en plus marquées en s'éloignant du sommet. En section transversale, les colonnes présentent une structure en plume (Fig. 3.4(b)) quand l'orientation de la section est normale à la direction de l'axe de rotation pendant le dépôt [TER01]. Pour une section parallèle à l'axe de rotation, les branches des plumes sont nettement moins prononcées. Cette microstructure est le résultat des marches visibles sur les facettes des sommets des colonnes. Ces dernières proviennent de l'arrangement imparfait des atomes pendant leur condensation à la surface du dépôt. Les crans qui en résultent perturbent de plus en plus la condensation et l'arrangement des atomes suivants, car la rotation de l'échantillon génère un phénomène local d'ombrage (Fig. 3.4(a)). Ainsi, avec les couches d'atomes successives qui se déposent, le défaut de croissance devient de plus en plus prononcé pour engendrer au final une structure en sapin (ou plume) à la périphérie de la colonne.



(a) Mécanisme d'ombrage au flux de vapeur responsable de la structure en plume des colonnes de zircone [TER01]



(b) Observation de la surface et d'une coupe transversale d'une colonne. Structure dense au cœur, mais en strates (ou en plume) en périphérie

Figure 3.4 – Origine de la structure poreuse en plume des colonnes de zircone

Ce phénomène d'ombrage étant dépendant du mécanisme de "sunset"/"sunrise", les défauts qui en découlent sont plus ou moins marqués en fonction de leur orientation vis-à-vis de l'axe de rotation [TER01]. Ainsi, la structure en sapin des colonnes de zircone est bien observée en coupe transversale, si cette dernière est réalisée dans le plan normal à l'axe de rotation (comme dans le cas de la figure 3.4) car c'est dans cette direction que l'effet d'ombrage est le plus prononcé.

Par l'observation des sommets des colonnes de zircone, il est donc possible d'appréhender la croissance des revêtements EB-PVD, en considérant deux aspects importants : l'arrangement des atomes en surface des facettes et l'effet de "sunset"/"sunrise". Ces constatations sont valables dans le cas de microstructures idéales et recherchées pour les aubes des turbines aéronautiques.

3.1.2 Classification des microstructures colonnaires originales

3.1.2.1 Observations en vue de dessus

Dans cette étude, différentes microstructures ont été étudiées, dont certaines très éloignées de celles utilisées dans l'industrie aéronautique. Il est nécessaire d'établir ces différences afin de mieux comprendre le comportement de ces revêtements soumis à l'essai LASAT. La figure 3.5 présente en vue de dessus les cinq grandes familles de revêtement répertoriées sur l'ensemble de la thèse. Trois échelles d'observation sont choisies afin de comparer les microstructures à différents grossissements.

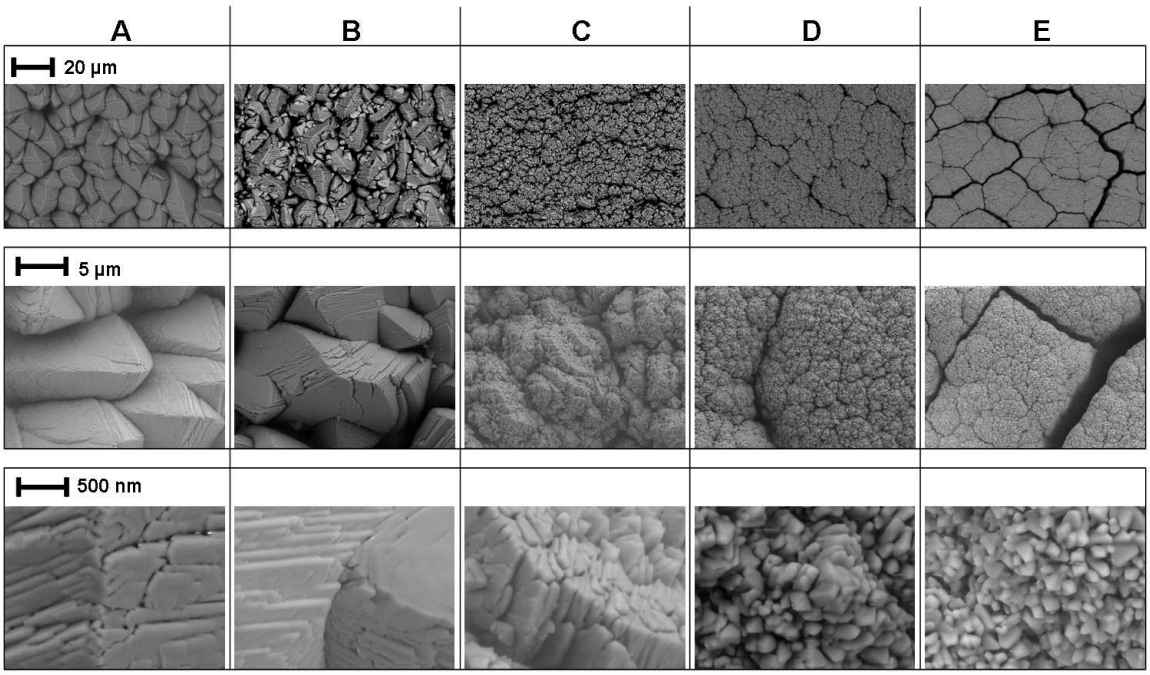


Figure 3.5 – Images MEB BSE en vue de dessus des cinq principales microstructures répertoriées A à E

La famille A correspond au revêtement de référence dont la croissance a été expliquée dans la partie 3.1.1. Le dépôt est le résultat d'une croissance contrôlée par la diffusion surfacique des adatomes incidents. Les atomes des cibles de zircone yttriée pulvérisées ont suffisamment d'énergie et de temps pour s'organiser à la surface des colonnes et ainsi se ranger dans la structure cristalline la plus stable.

La famille B des microstructures de zircone se rapproche de la famille A de référence, à un détail prêt, elle possède des cristaux secondaires visibles en vue de dessus. Ainsi, la surface est bien composée de sommets de colonnes à quatre facettes, mais sur lesquelles de petits cristaux secondaires se développent. Ces derniers sont aussi de forme pyramidale, mais peuvent être à base carrée ou triangulaire et donc faire ressortir en vue de dessus trois ou quatre facettes. Ces cristaux secondaires peuvent être inférieurs au micromètre ou

atteindre la taille de la facette sur laquelle ils se sont développés. À fort grossissement, les faciès des facettes des cristaux principaux et des cristaux secondaires ont le même aspect.

La famille C des microstructures est une forme intermédiaire de tous les cas étudiés. En vue de dessus et à faible grossissement, il est difficile de distinguer nettement des colonnes. À fort grandissement, certains aspects des microstructures A et B ressortent, par exemple des lignes de crêtes et des marches sur les facettes. Cependant, ces caractéristiques morphologiques sont étendues sur des échelles plus petites, inférieures au micromètre. Il est donc difficile de mettre en évidence un lien de cette morphologie originale avec une orientation particulière vis-à-vis de la rotation des échantillons au cours du dépôt.

La famille D présente une microstructure en surface du revêtement très désordonnée, avec un aspect de chou-fleur. La vue de dessus laisse paraître une structure colonnaire car des blocs ou îlots de diamètre de l'ordre de 20 à 50 micromètres sont observés à faible grossissement. La surface du dépôt peut se décrire par un ensemble de dômes de quelques dizaines de microns de diamètre. Cette délimitation est confirmée en affinant l'observation car des discontinuités apparaissent bien et laissent ressortir l'absence de liaisons transverses entre les blocs. À très fort grandissement, il n'est pas possible de distinguer une structure en pointe des cristaux. La surface des dômes est composée de nombreux petits cristaux, de l'ordre de 100 nm en taille et sans organisation apparente. Ces cristaux fins peuvent présenter trois à quatre facettes.

Enfin, la dernière famille E constituée est la plus désordonnée et finement divisée. À faible grossissement, elle fait ressortir clairement des blocs, probablement le résultat d'une croissance colonnaire. L'écart entre les blocs est plus important par rapport à toutes les familles précédemment décrites, notamment la famille D. Ces îlots n'ont pas de géométrie caractéristique si ce n'est que leur taille est comprise entre 10 et 30 micromètres de diamètre équivalent. De plus, les intervalles entre blocs sont assez variables et peuvent atteindre facilement quelques micromètres. À très fort grossissement, comme pour la famille D, le profil des îlots est en forme de dôme type chou-fleur composé de cristaux très fins, inférieurs à 100 nm. Dans ce dernier cas de famille, les cristaux sont beaucoup plus petits que ceux observés dans la famille précédente D.

Les observations des surfaces des différents dépôts de zircone par EB-PVD permettent déjà certaines hypothèses sur les mécanismes de croissance des différentes familles de revêtements. Il apparait que la croissance des revêtements A et B, est essentiellement contrôlée par la diffusion surfacique des atomes quand ils se condensent sur la surface du dépôt. Ainsi, ils possèdent l'énergie suffisante pour s'organiser et se structurer vis-à-vis des atomes précédemment condensés [TER01]. La microstructure B laisse voir des cristaux secondaires qui se développent à la surface des colonnes primaires. Dans ce cas, des germes ou nucléus se forment sans respecter la cristallographie déjà présente à la surface des facettes. Certains atomes incidents n'ont pas eu suffisamment d'énergie pour s'organiser et ont généré des nodules sur lesquels les atomes suivants se condensent. Ainsi,

une nouvelle colonne se forme. Cependant, ce cas est très limité et la majorité de la croissance du dépôt est contrôlée par la diffusion surfacique des atomes qui permet la croissance des nucléus initiaux.

Pour la microstructure C, le phénomène de germination et de croissance secondaire devient suffisamment important pour que la microstructure de base soit à peine identifiable. Ainsi, il n'est possible d'observer qu'à faible échelle que la croissance du dépôt et la disposition des atomes sont organisées et forment des cristaux. Pour les dépôts D et E, il ressort clairement que les adatomes ont de moins en moins d'énergie pour s'organiser suivant l'arrangement cristallographique précédent. La formation d'un germe suivant à la surface du précédent donne des cristaux de plus en plus réduits en taille.

L'ensemble de ces observations en vue de dessus permet de faire état que ces dépôts ont été soumis à des conditions différentes d'élaboration qui ont modifié les proportions entre croissance par germination et croissance par diffusion surfacique. Les conditions, notamment de pression et de température, nécessaires à la croissance des revêtements colonnaires usuels pour les aubes aéronautiques, n'ont pas été respectées durant la réalisation de ces barrières thermiques.

3.1.2.2 Observations en coupes transversales

Pour les dépôts usuels de l'industrie aéronautique, tels que ceux de la famille A, les caractérisations par des coupes métallographiques sont nombreuses dans la bibliographie [TER01] [BER01] [SS00]. C'est pourquoi, avec les connaissances actuelles, une observation en vue de dessus peut être suffisante pour avoir une idée satisfaisante de la structure dans l'épaisseur du revêtement. En revanche, certaines microstructures observées (C, D et E) n'ont pas ou peu été étudiées dans de précédents travaux. Deux articles de Yanar et al [YPM06] [YMP02] révèlent des coupes métallographiques avec des revêtements de barrières thermiques qui se rapprochent de ceux détaillés dans la partie précédente (D et E). Cependant, les variations entre microstructures ne sont pas évoquées et ne font pas partie des sujets de ces papiers.

Pour cette étude, il est donc préférable de bien connaître la microstructure de ces différents revêtements et de ne pas s'arrêter aux observations des surfaces. Ainsi, ces revêtements non usuels ont aussi été examinés en coupes transverses. Dans la partie qui suit, les cinq familles de microstructure A à E sont décrites par coupes métallographiques. La caractérisation morphologique traite d'une part de la microstructure générale afin d'estimer l'évolution du dépôt selon son épaisseur, et d'autre part de la base des colonnes des revêtements pour décrire les zones critiques pour l'endommagement des barrières thermiques. De surcroît, la pointe des colonnes est également observée à fort grossissement pour relier les observations faites sur coupes avec celles en vues de dessus.

La figure 3.6 présente les familles notées A à E en vues générales et détaillées, réalisées sur les mêmes échantillons utilisés pour les observations en vue de dessus de la figure 3.5.

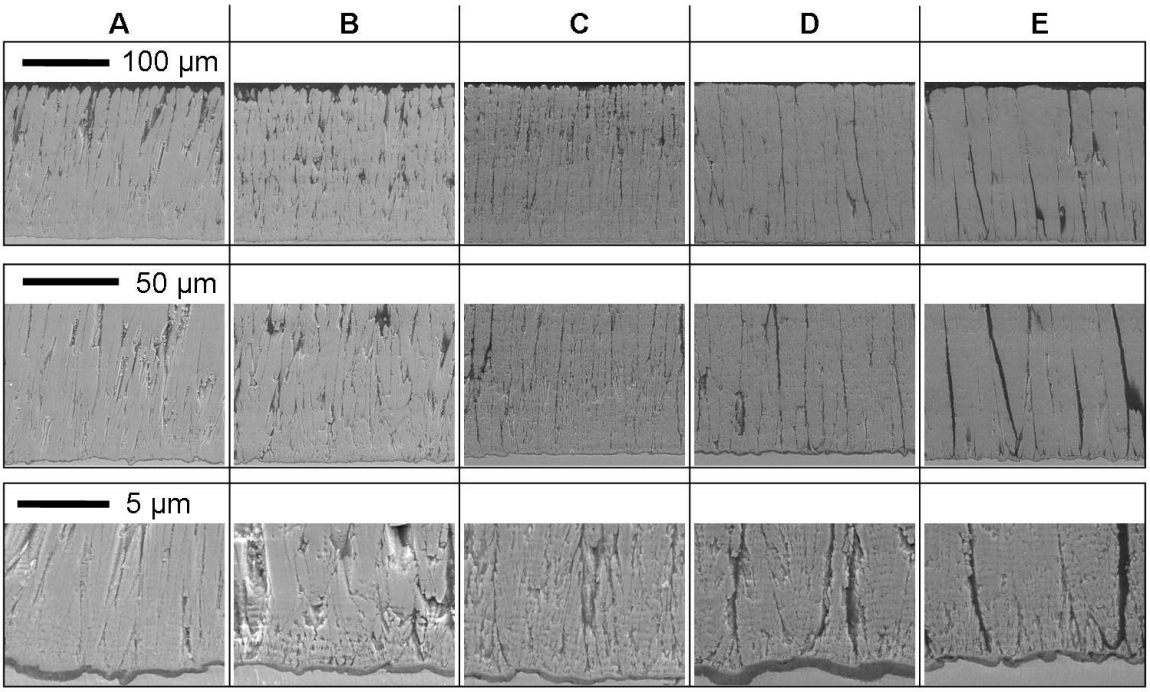


Figure 3.6 – Images MEB BSE en coupes transversales des cinq familles de A à E de zircone EB-PVD : base du dépôt (interface)

Avec une vue d'ensemble, il ressort déjà que chacun des cas possède une structure colonnaire avec une épaisseur totale très proche ($\approx$ 180 micromètres). Il ressort que les colonnes des groupes D et E possèdent des diamètres plus grands, de l'ordre de 5 à 20 micromètres dès la base du revêtement.

En examinant la base des colonnes de ces revêtements EB-PVD (Fig. 3.5, rangée du bas), sur les premiers micromètres des groupes A et B, les colonnes naissantes se distinguent nettement ainsi que la croissance privilégiée de certaines au détriment d'autres. Néanmoins, la microstructure B montre une certaine désorganisation car les colonnes semblent moins homogènes. À moyen grossissement, sur la base du dépôt C, les colonnes sont bien définies et rectilignes. Malgré cela, à fort grossissement, il est difficile de bien identifier les colonnes principales.

Les dépôts D et E, se différencient fortement des autres par le diamètre des colonnes. En effet, dès les premiers micromètres, les espaces intercolonnaires sont larges ($\approx 1\ \mu m$) et bien délimités. Ces colonnes n'évoluent pas en diamètre de la base à la surface du revêtement. Les distances intercolonnaires semblent aussi plus grandes que celles des familles A, B et C. À fort grossissement, ces colonnes particulières révèlent en réalité un ensemble de colonnettes intimement accolées les unes aux autres. Les espaces intercolonnaires sont souvent générés par des hétérogénéités de forme à la surface de la couche d'alumine.

Les pointes des colonnes visibles en figure 3.7 sont plus facilement identifiables et différentiables entre les cinq familles que leurs bases. La famille A est caractéristique de

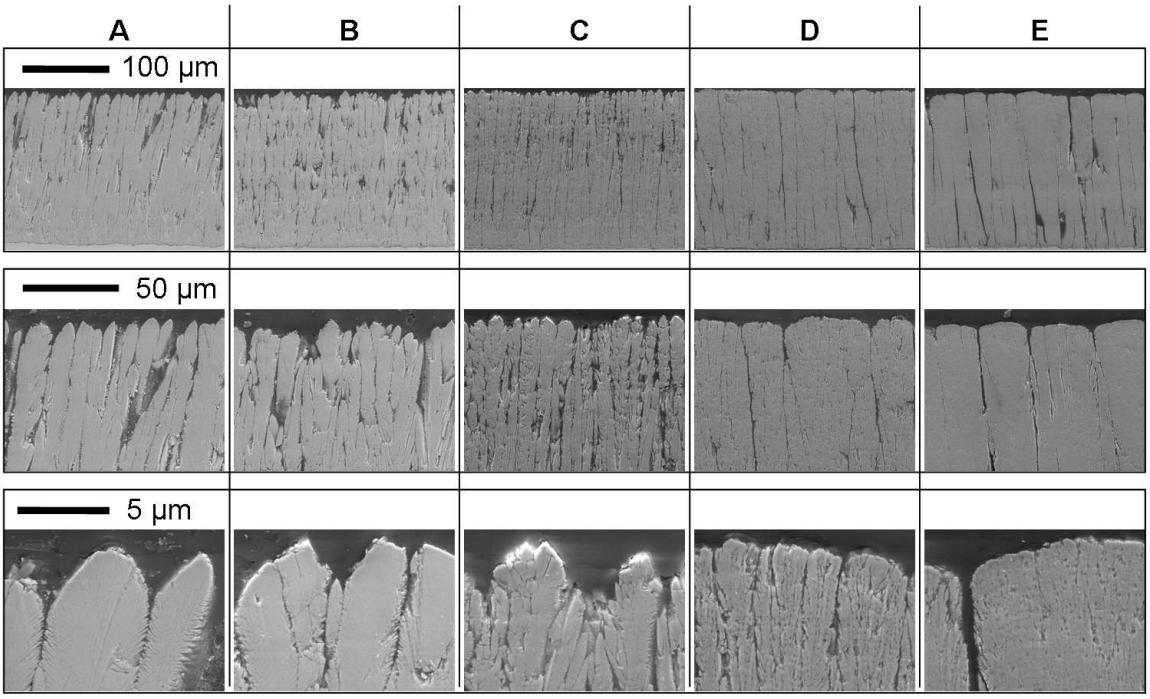


Figure 3.7 – Images MEB BSE en coupes transversales des cinq familles de zircone EB-PVD : sommet du dépôt

colonnes homogènes de diamètre de l'ordre de $5-10$ micromètres au sommet. La structure en sapin de chaque colonne est bien observée à fort grossissement.

La famille B montre des défauts de la continuité des colonnes. À partir des colonnes principales se forment des colonnes secondaires qui peuvent au final remplacer les premières. Ceci a pour effet de rendre moins rectiligne et plus hétérogène la structure colonnaire. Enfin, le sommet d'une colonne primaire de la famille B est souvent composé de sous-colonnes.

Pour le cas de la famille C, les mêmes observations relevées que la famille B sont valables mais avec une densité plus élevée de colonnes secondaires. Il est possible dans ce cas de voir une colonne se diviser en plusieurs autres qui se développent. C'est pourquoi le diamètre moyen des sous-colonnes, ou colonnes secondaires, est nettement plus petit ($\approx 1\ \mu m$).

La famille D est beaucoup plus difficile à décrire. L'appellation de colonne utilisée dans les cas précédents, qui représente finalement un cristal qui se développe dans une direction, n'est plus utilisable car ces cristaux ne sont plus clairement identifiables de par leur taille. Ainsi, par abus de langage, le terme colonne sera toujours employé mais décrira un ensemble d'agrégats partant de la base vers la surface externe du dépôt et séparé d'un autre ensemble équivalent par un espace inférieur au micromètre. Cette définition faite à partir de l'espace entre les colonnes, et non pas de la structure de la colonne, peut se justifier par l'intérêt des structures colonnaires pour les barrières thermiques.

En effet, c'est l'espace intercolonnaire qui permet à ces dépôts de réduire les contraintes thermomécaniques. Ici, les colonnes des dépôts de la famille D possèdent des diamètres entre 20 et 50 micromètres, quasi constants de la base au sommet. La pointe de ces colonnes possède une forme en dôme avec un faible rayon de courbure vis-à-vis des microstructures de type A et B. À fort grossissement, ces colonnes se décomposent en colonnettes qui semblent être des répliques de leur colonne mère, à une échelle dix fois plus petite. Ces colonnettes ressemblent parfois à des filaments.

Enfin, la microstructure E se caractérise par des colonnes, au sens décrit pour la famille D, dans une gamme de diamètre plus resserrée de $10-30$ micromètres et avec des espaces intercolonnaires plus larges pouvant atteindre un micromètre. Comme pour la famille D, le diamètre de ces colonnes n'évolue pas de la base à la surface du dépôt. La microstructure fine d'une colonne est difficilement observable par MEB en coupe métallographique avec polissage, mais semble se rapprocher de filaments accolés.

Ces observations des bases et des pointes des cinq familles de microstructures A à E permettent de mieux comprendre la croissance de ces revêtements.

Comme déjà présenté, la famille A est le fruit d'une croissance à partir de grains orientés aléatoirement à la surface de l'alumine. Les conditions de déposition permettent une croissance contrôlée par la diffusion des atomes qui ont le temps de s'organiser suivant les plans présents. Or, certaines orientations sont favorables à la croissance du cristal et les colonnes possédant ces orientations préférentielles prennent le dessus sur les autres au cours de la croissance du dépôt. Ceci explique l'évolution du nombre et des diamètres des colonnes entre la base et le sommet de la couche. De plus, la rotation des échantillons pendant le cycle d'EB-PVD contribue aussi à cette sélection cristallographique et génère la microstructure en sapin avec des pointes à 4 facettes.

La microstructure de type B est proche du type A. Une légère perturbation dans le procédé génère cependant des germinations à la surface des facettes. Certains des germes se développent s'ils possèdent une des orientations favorables à la croissance du cristal. Ainsi, ils peuvent atteindre quelques micromètres de diamètre mais n'affectent pas la structure globale du dépôt.

La famille C commence à dériver fortement par rapport à la microstructure recherchée pour les barrières thermiques EB-PVD et représentée par le groupe d'échantillons de type A. Pour la croissance de ces revêtements type C, le processus de germination secondaire devient prépondérant vis-à-vis du processus de diffusion surfacique. Ainsi, les colonnes sont moins régulières et sont composées finalement de nombreuses sous-colonnes.

En se rapprochant des structures D et E, les cristaux n'ont plus le temps de croître et la croissance se fait essentiellement par germination. Ainsi, le phénomène de sélection des orientations des cristaux est limité. C'est pour cette raison qu'il n'est pas observé d'augmentation du diamètre des colonnes avec la croissance du dépôt. Les colonnes qui se distinguent, et ne sont pas des cristaux mais des groupes de colonnettes (filaments),

ne se comportent donc pas comme les cas A, B et C. Les espaces intercolonnaires qui se forment et donnent cette structure colonnaire sont le résultat de l'effet d'ombrage dû au phénomène de "sunset"/"sunrise". En effet, de fortes rugosités à la surface de la couche native d'alumine sont suffisantes pour générer un ombrage local, qui va persister avec la croissance du dépôt. Les dépôts E présentent des espaces intercolonnaires plus importants, probablement à cause du phénomène de germination encore plus prépondérant au regard du phénomène de croissance des cristaux. Comme cela a été observé en vue de dessus, la taille des cristaux pour les dépôts du groupe E sont plus petits que ceux du groupe D. Ils ont moins de temps pour croitre dans l'espace via les autres atomes qui pourraient adopter leur structure cristalline. Ainsi, les colonnes croissent essentiellement verticalement par superposition de cristaux de faibles tailles et ont un diamètre qui n'évolue pas. Pour les colonnes du groupe D, la croissance transverse se produit légèrement via la taille plus importante des cristaux mais est toujours limitée par l'effet d'ombrage. Ainsi les espaces intercolonnaires sont plus réduits pour la famille D. L'aspect filamentaire à l'intérieur d'une même colonne est le résultat de la formation des germes les uns sur les autres par le phénomène d'ombrage aussi mais à une échelle très locale.

3.2 Cas particuliers avec défauts localisés de croissance

La maîtrise du faisceau d'électron pendant l'étape d'EB-PVD est importante car elle peut être responsable de défauts microstructuraux dans les colonnes.

La figure 3.8 présente une fractographie par MEB en électrons rétrodiffusés, de deux microstructures type B et D exploitées durant ces travaux. Sur le haut de ces images MEB, le sommet des colonnes est visible et sur le bas, c'est la face qui était préalablement en contact avec la sous-couche.

La microstructure B fait apparaître les colonnes nombreuses à la base du dépôt et qui s'élargissent en se rapprochant de la surface libre de la zircone. Les colonnes qui s'éteignent pendant la croissance sont aussi visibles. De plus, les faces latérales des colonnes ne sont pas lisses. La structure D est très différente. La forme des colonnes les rend difficilement dissociables et leur diamètre n'évolue que peu entre la base et leur sommet. Ces observations sont en accords avec les morphologies détaillées par coupes métallographiques dans le paragraphe 3.1.2.2.

La vue de gauche (microstructure B) montre une discontinuité de croissance dans les colonnes, à mi-hauteur du dépôt. Sur l'ensemble du revêtement, et à la même hauteur, cette observation est avérée. Ce changement dans la morphologie du dépôt se caractérise par une reprise de croissance de nombreuses colonnes sur une seule colonne d'origine. Ce défaut localisé à la même hauteur, ou ligne de regermination, est difficilement détecté pour la microstructure D. À noter que ces deux échantillons ont été réalisés en même temps pour chaque étape de leur élaboration.

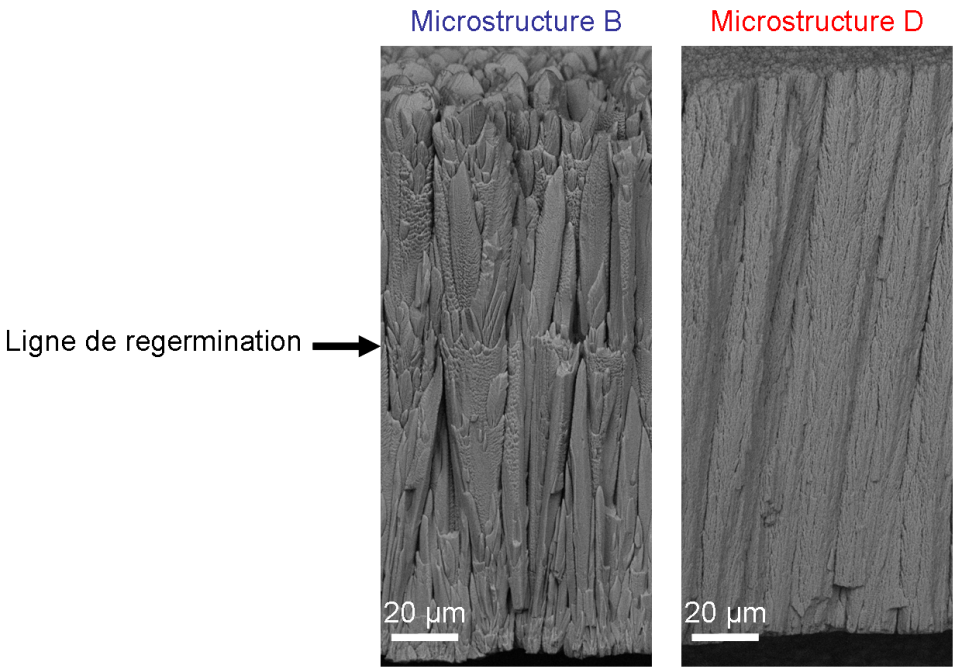


Figure 3.8 – Images MEB en BSE de fractographies de deux dépôts de type B et D et mise en évidence pour la microstructure B d'un défaut de croissance

À partir des descriptions précédentes sur les cinq familles de microstructures, et leur mécanisme de croissance, il semble qu'à un instant du cycle d'EB-PVD, une perturbation dans les paramètres de déposition ait modifié le développement des colonnes. Pour la microstructure B, cette variation a généré une regermination à la surface des colonnes en cours de croissance. Ceci se traduit par de nombreuses colonnes qui partent d'une même hauteur. Pour le dépôt de type D, le phénomène n'est pas ou peu visible car il n'est pas dans des conditions de croissance colonnaire usuelles.

Il est intéressant d'identifier la cause de ce défaut. La figure 3.9 montre un autre échantillon de microstructure type B ayant été revêtu durant le même cycle que les dépôts présentés sur la figure 3.8. La ligne de regermination apparait distinctement, et même une seconde ligne se distingue, plus proche de la base du dépôt. Cette dernière est plus difficilement détectable, même pour les familles A et B car elle est proche de la base du dépôt, et donc dans un zone où le diamètre des colonnes reste petit. La vitesse de croissance des barrières thermiques par EB-PVD, est quasi constante. Durant l'étape de déposition, certains paramètres opératoires sont enregistrés et il est possible de repérer les zones dans l'épaisseur du dépôt au cours du temps. La figure 3.9 est organisée dans cette optique, avec à $t = 0$, la base du revêtement et à $t =$ fin du cycle, le sommet des colonnes. Les paramètres suivis sont cinq relevés temporels de températures, à différents emplacements de l'enceinte EB-PVD, et deux relevés de débit gazeux qui correspondent à de l'argon et de l'oxygène qui permettent de réguler la pression et la teneur des gaz dans l'enceinte.

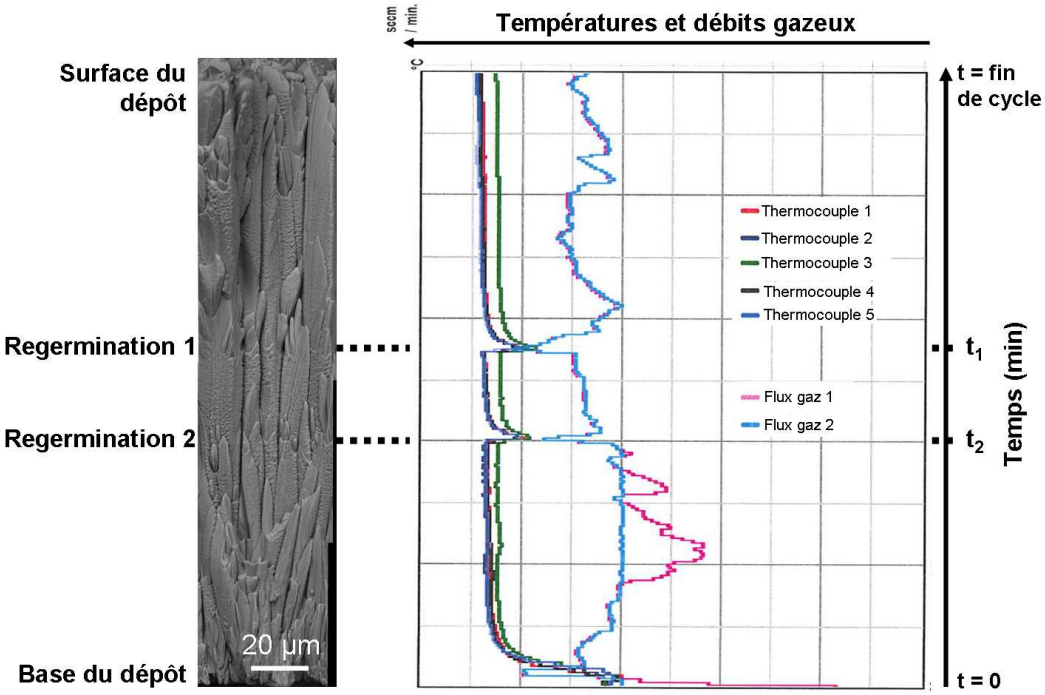


Figure 3.9 – Courbes des suivis des flux gazeux et des températures durant le procédé d'EB-PVD, et influence de la variation de ces paramètres sur la croissance et la microstructure du revêtement

Au début du cycle, il y a une rapide montée en température des échantillons provenant du rayonnement du faisceau d'électrons et de la cible en fusion. Même si l'équipement dispose d'éléments chauffants, l'essentiel de l'énergie thermique provient de système de vaporisation de la zircone. Ainsi, en moins d'une minute, la température se stabilise. Dans ce même intervalle de temps, les débits d'oxygène et d'argon sont réduits. Ces gaz ont plusieurs effets. Ils influent rapidement sur la pression et la température de l'enceinte, et sont nécessaires pour assurer la stœchiométrie du dépôt en construction. Au lancement du faisceau d'électrons, le vide généré par le pompage est compensé par un flux gazeux supplémentaire. Dès que la cible est vaporisée en continu, cet apport supplémentaire est réduit.

Jusqu'à la huitième minute, la température reste stable.

Aux alentours de t_1 et t_2, deux fortes perturbations sont enregistrées. Les températures chutent de plus de $100°C$ et en simultané, il y a de fortes augmentations des débits de gaz. Ensuite, ces valeurs se rétablissent, comme au lancement du cycle de déposition.

Le parallèle entre l'échelle du temps et la vue en épaisseur du dépôt permet de mettre directement en relation les variations mesurées pendant le dépôt et celles observées au sein du revêtement. Il y a donc une influence directe sur la continuité de la structure colonnaire.

Ces deux chutes de température sont induites par la coupure du faisceau d'électrons. Quand cet incident se produit, il n'y a plus le rayonnement généré par le faisceau d'électrons et la fusion de la zircone. Ce rayonnement intense est un des principaux apports thermiques responsables du maintien à la température de consigne des échantillons. L'interruption engendre la subite baisse des températures mesurées par les thermocouples. Dans les quelques secondes qui suivent, le faisceau d'électrons se remet en marche et recommence à vaporiser la zircone. Ainsi les températures remontent, avec une évolution identique au lancement du cycle d'EB-PVD. Dans l'intervalle de temps nécessaire pour que les pièces à revêtir atteignent la température haute, la zircone vaporisée continue à se déposer. Mais elle se condense à une température inférieure. Les atomes incidents s'arrangent sur une surface avec une énergie thermique plus faible, ce qui réduit leur capacité de s'organiser suivant les plans atomiques des colonnes. De nouveaux germes se forment et interrompent la continuité colonnaire de la structure, comme observé sur les figures 3.8 et 3.9. Très rapidement, la température atteint sa consigne et le régime de croissance colonnaire est alors possible.

3.3 Comportement optique des microstructures de zircone EB-PVD

Les critères microstructuraux sont importants pour qualifier l'intégrité mécanique d'un revêtement de zircone EB-PVD. Pour cette raison, l'aspect des colonnes et leur hauteur sont régulièrement contrôlés par des coupes métallographiques sur échantillons témoins. Certaines observations directes sont cependant intéressantes et en relation avec le comportement optique de ce matériau, notamment lorsque la barrière thermique commence à s'écailler dès le stade de la fabrication. Alors, un simple contrôle visuel permet de détecter les amorces d'écaillage, car la zircone blanchit dans la zone où elle se décolle. Ce phénomène optique associé à la présence d'une fissure sera expliqué par la suite. C'est lui qui fonde l'essai LASAT-2D appliqué aux barrières thermiques EB-PVD. De plus, le revêtement peut avoir une couleur grisâtre. Dans ce cas-là, CCC réalise un traitement thermique sous air, dit de blanchiment. Dans cette partie, ce phénomène va être expliqué par des observations réalisées sur pions et plaques revêtues. La notion de blancheur est abordée dans cette étude uniquement par comparaison entre échantillons. Ainsi, pour différencier des niveaux d'intensité de blanc entre deux revêtements, ceux-ci sont scannés optiquement ensemble, et ensuite le contraste et la luminosité de l'image numérique sont modifiés afin d'augmenter les différences optiques. Les épaisseurs de zircone sont identiques entre les échantillons comparés par la suite. La blancheur de nos revêtements n'est pas quantifiée dans cette partie, mais un classement relatif des échantillons est possible. Les observations sont réalisées sur des revêtements bruts d'élaboration, auxquels aucun

choc LASAT n'a été appliqué.

3.3.1 Influence de la stœchiométrie de la zircone EB-PVD sur sa blancheur

Les trois lots d'échantillons réceptionnés pendant l'étude n'ont pas subi de post-traitement thermique de blanchiment après le dépôt de zircone. La figure 3.10 montre l'effet du traitement thermique sur la blancheur. Afin de s'assurer que les variations de niveaux de gris ne sont pas le résultat de réglages optiques différents, plusieurs échantillons ont servi de référence. Sur l'image scannée de gauche, l'ensemble des revêtements est dans l'état de sortie du cycle d'EB-PVD. Trois microstructures, relatives aux familles de A, B et C, sont disposées avec deux échantillons représentatifs pour chacune d'elles. À ce stade, les microstructures possèdent des niveaux de blanc bien différents. La microstructure C apparait comme la plus blanche. La microstructure B possède un niveau intermédiaire et la microstructure A est la plus grise. Notons que cette dernière n'est pas noire dans la réalité, et elle ressort blanche visuellement à la lumière du jour. C'est l'amplification du contraste de l'image et le seuillage lumineux qui en résulte, qui la rendent noire sur la figure 3.10.

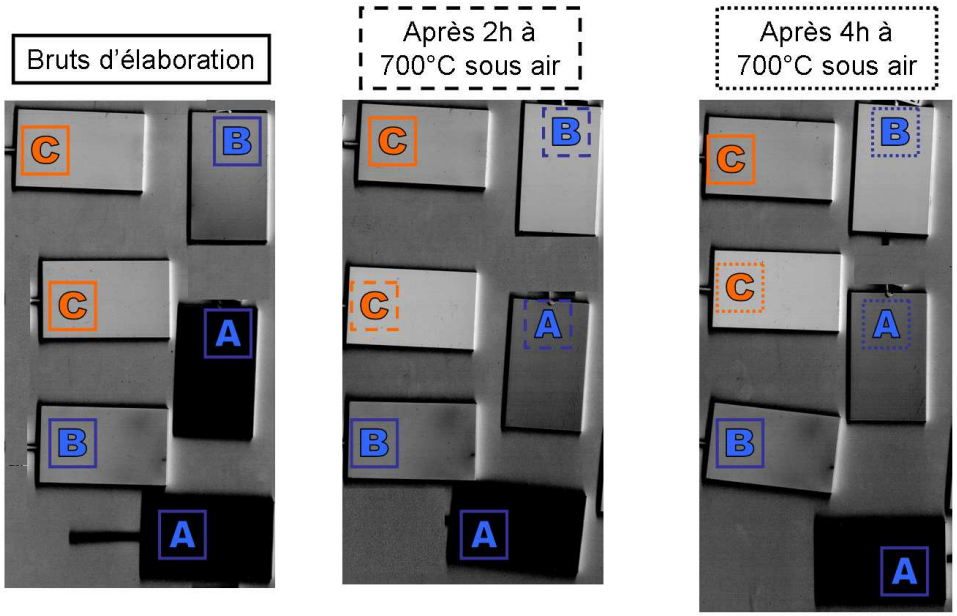


Figure 3.10 – Images optiques numérisées en niveaux de gris et à contraste renforcé pour différentes microstructures de zircone EB-PVD avant et après traitements thermiques sous air. Plaques traitées repérées en pointillés.

L'image numérique du milieu de la figure 3.10 montre les mêmes échantillons après traitement thermique, et disposés comme pour l'image précédente. Seuls les échantillons avec la lettre de famille entourée en pointillés ont subi le traitement thermique sous air,

durant deux heures à 700°C. Pour les trois microstructures étudiées, l'échantillon après le traitement thermique a gagné en blancheur en comparaison du même échantillon non traité. L'échantillon de type A après ce cycle thermique est d'un niveau de blancheur proche d'un revêtement de famille B brut d'élaboration. Quant à l'échantillon de type B traité thermiquement, il est devenu plus blanc que celui de type C non traité. Le dépôt C traité thermiquement est devenu le plus blanc du lot. Ainsi, le traitement thermique a augmenté le niveau de blanc de chaque famille de microstructure. Néanmoins, les trois microstructures restent différentes par leur niveau de blanc. Il est aussi intéressant de noter que le traitement thermique homogénéise les contrastes de blanc au sein d'un même échantillon.

Un second traitement thermique sous air à 700°C pendant deux nouvelles heures sur les mêmes échantillons ne fait plus évoluer la blancheur enregistrée par scanner optique et même l'échantillon de type A, qui reste "gris" après les deux premières heures, n'évolue plus.

La figure 3.11 résume l'évolution de la blancheur relative par traitement thermique en fonction de la microstructure et du traitement thermique.

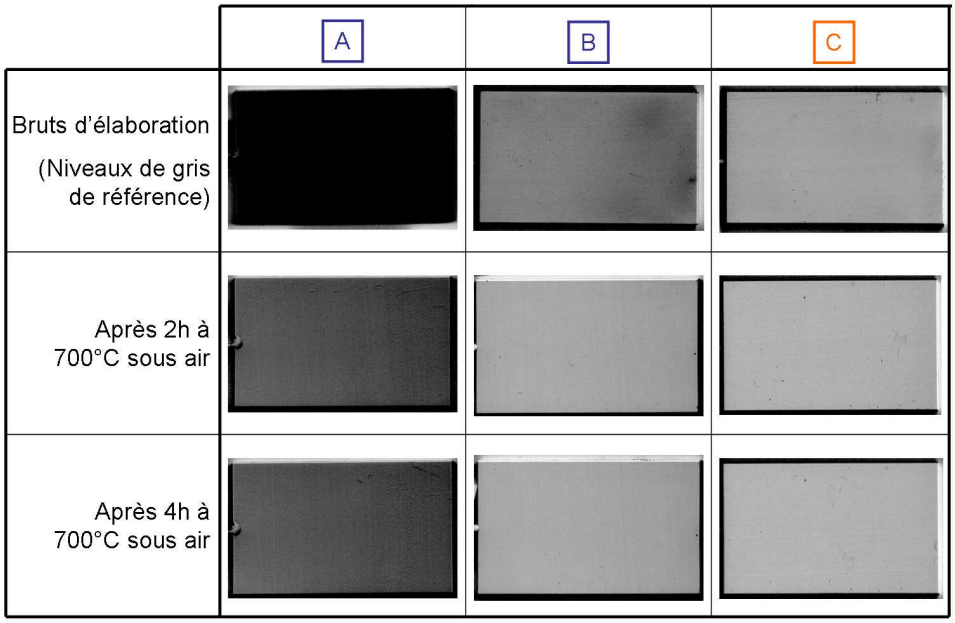


Figure 3.11 – Images optiques numérisées en niveaux de gris à contraste renforcé en fonction de la microstructure de zircone EB-PVD et de la durée du traitement thermique sous air

À la vue de ces différences de niveaux de gris, il apparait bien que le type de microstructure joue un rôle sur le rendu optique. Néanmoins, le premier traitement thermique indique que deux échantillons peuvent avoir des niveaux de gris proches bien qu'ils soient très différents comme par exemple, un échantillon de type B brut d'élaboration comparé avec un type A traité quatre heures. Cependant, le traitement à 700°C n'affecte pas la

microstructure colonnaire et donc le changement des niveaux de gris d'un même dépôt ne peut être associé à une modification de la microstructure. Après le deuxième traitement thermique, il n'y a plus d'évolution. Cela montre que les barrières thermiques avaient déjà été modifiées de façon absolue et permanente.

Cette évolution de la blancheur ou du niveau de gris après traitement thermique est abordée dans la thèse de V. Debout [DEB07]. Ses travaux ont mis en évidence le rôle de la stœchiométrie en teneur en oxygène dans les revêtements de zircone yttriée projetée par plasma. Suivant les conditions de projection plasma, en particulier de l'apport en oxygène, des dépôts de zircone blancs et sombres peuvent être réalisés. Par des traitements thermiques successifs à 500°C sous air, les dépôts redeviennent tous blancs. Entre 12h et 24h de traitement à 500°C, le niveau d'intensité de blanc obtenu est maximal. Dans la présente étude sur de la zircone yttriée par EB-PVD, le traitement thermique de blanchiment est réalisé industriellement mais pas systématiquement. Par analogie, la modification de la blancheur suite au traitement thermique sous air est le résultat de la stœchiométrie en oxygène de la zircone EB-PVD. En fonction de la teneur en oxygène dans l'enceinte EB-PVD et de la température de la zircone pendant le cycle de déposition, la barrière thermique peut être sous-stœchiométrique en oxygène. Le traitement thermique sous air permet au revêtement d'équilibrer sa composition chimique et de modifier ses propriétés optiques en diminuant l'absorption de la lumière [DEB07]. La durée relativement courte du traitement thermique en comparaison des travaux de V. Debout [DEB07] est compensée par la température plus élevée appliquée dans cette thèse, ce qui favorise plus la diffusion des atomes d'oxygène au sein du réseau cristallin. La microstructure colonnaire est aussi un aspect favorable pour la pénétration de l'oxygène en profondeur du revêtement.

3.3.2 Influence de la microstructure colonnaire de la zircone EB-PVD sur la blancheur

Le rôle de la stœchiométrie en oxygène dans la blancheur des revêtements de zircone EB-PVD est avérée. Cependant, même après de longs traitements thermiques sous air, les niveaux de gris des microstructures étudiées restent différents. La famille de microstructure a donc une influence sur le comportement optique.

La figure 3.12 montre l'évolution de la blancheur des microstructures de type B, C, D et E après traitement thermique sous air. Les échantillons ont été numérisés dans un unique lot, afin d'assurer les mêmes conditions d'éclairement et de contraste numérique. À l'état brut, pour ce lot d'échantillons, il ne semble pas y avoir une relation directe entre la nature de la microstructure et la blancheur observée. En effet, les familles allant de B à D sont de plus en plus blanches. En revanche, la microstructure de type E, et donc très éloignée des microstructures colonnaires usuelles, apparaît grise comme la famille

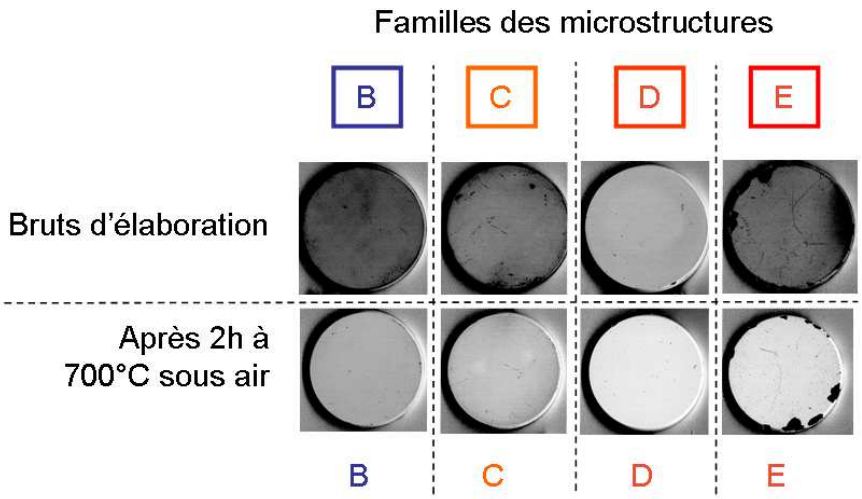


Figure 3.12 – Images optiques numérisées à contraste renforcé : influence de la microstructure sur la blancheur de la zircone avec et sans traitement thermique

B par exemple. Après traitement thermique, la hiérarchie en niveau de gris peut être constituée conjointement à celle des microstructures. Par ailleurs, le traitement thermique permettrait une carbonisation de résidus organiques qui peuvent s'accumuler à la surface de la zircone suite aux manipulations successives. La microstructure E semble rester un peu moins blanche que la D, mais de nombreux défauts (écaillage en bords, colonnes localement écaillées) expliquent la différence de rendu.

La figure 3.13 présente les images optiques numérisées à contraste renforcé de l'ensemble des échantillons disposés en colonnes en fonction des quatre préparations de la sous-couche, et en lignes en fonction des microstructures. La première image correspond à l'observation après le dépôt EB-PVD, la seconde après le traitement thermique de blanchiment sous air pendant deux heures à 700°C. Trois paramètres du procédé sont étudiés : le traitement de blanchiment, la microstructure et enfin la préparation de la sous-couche avant dépôt.

Sur la figure 3.13, uniquement les deux premières et les deux dernières lignes correspondent à des microstructures de type A brutes d'élaboration. Les échantillons des deux lignes intermédiaires (3 et 4) possèdent des microstructures type B.

Avant et après traitement thermique, plusieurs tendances relatives à la couleur sont confirmées. D'une part, les microstructures de type A sont plus bas en niveau de gris, de manière générale, que les microstructures B. Cette observation est générale, pour tous les lots étudiés comme cela a été vu dans la partie 3.3.1. D'autre part, au sein de la famille A, les pions placés sur des premières lignes 1 et 2 sont plus blancs que ceux des lignes 5 et 6, mais la différence reste relativement faible.

Avant le traitement thermique, la colonne II, qui correspond à une préparation de sous-

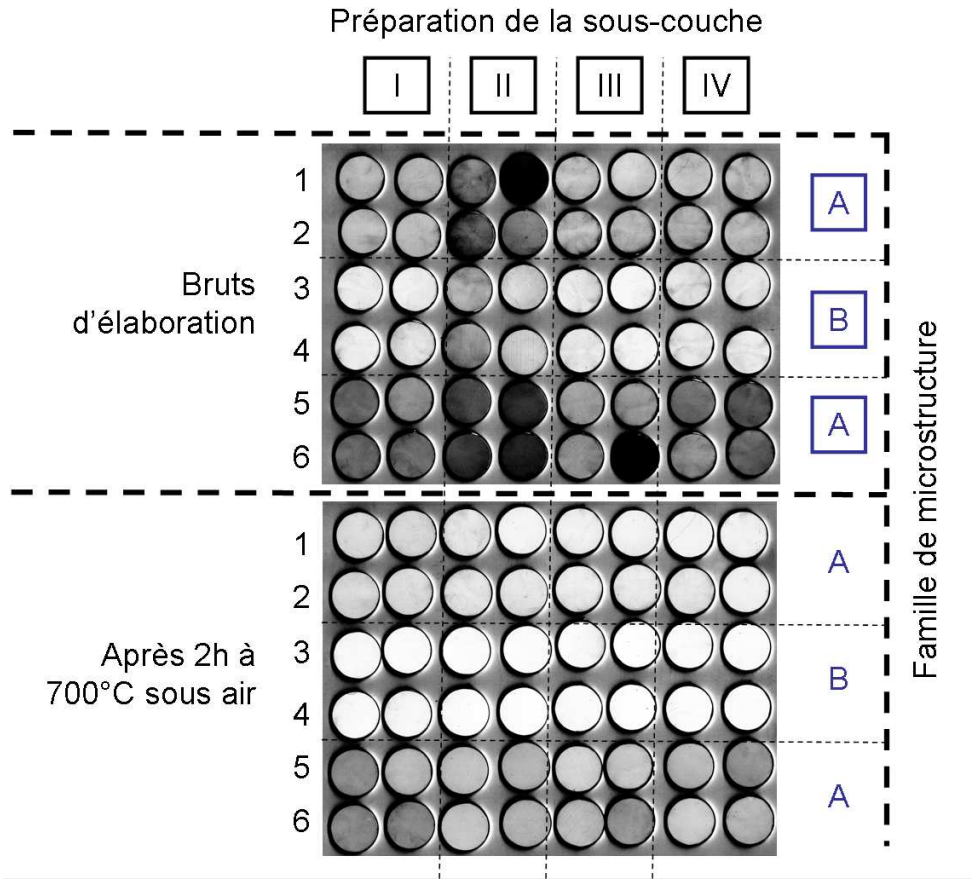


Figure 3.13 – Images optiques numérisées à contraste renforcé : influence des conditions d'élaboration sur la blancheur de la zircone

couche sans platine, est beaucoup plus grise que les autres colonnes, qui elles montrent une certaine homogénéité. Cette différence notable entre préparations est totalement effacée après le traitement thermique.

Enfin, dans certains cas isolés, comme la colonne III ligne 6, deux échantillons identiques peuvent avoir des niveaux de gris différents. Ce contraste s'atténue fortement après le traitement thermique. À noter que même avec de longues durées de traitement thermique, des différences légères persistent au sein d'une même famille. Cependant, ces variations restent minimes au regard des contrastes observés entre les familles de microstructures.

La microstructure du revêtement influe sur sa blancheur, même si la zircone est équilibrée en oxygène. Si le traitement thermique permet de corriger la sous-stœchiométrie, il ne modifie pas la microstructure, qui a aussi un rôle sur le comportement optique du dépôt. À ce niveau de l'étude, il n'est pas possible de définir l'origine des différents niveaux de gris encore présents après traitement thermique pour les dépôts type A et B. La sous-stœchiométrie du dépôt brut d'élaboration, qui est mise en évidence par le traitement thermique, est le résultat des conditions de température et de pression dans

l'enceinte EB-PVD. Les gaz d'apport introduits sont l'argon et l'oxygène. La pression partielle en oxygène doit être insuffisante dans l'enceinte pour combler les lacunes dans la structure cristallographique. Ces défauts ne sont pas problématiques pour l'intégrité du revêtement et la sous-stœchiométrie est par ailleurs rectifiée dès la première montée à haute température sous air.

Certains échantillons sont beaucoup plus gris après dépôt EB-PVD, que leurs voisins, même au sein d'une famille de microstructure. De même, les échantillons avec une sous-couche sans Pt sont plus sombres avant le traitement thermique. En l'état actuel des expertises menées, aucune hypothèse ne peut être avancée pour expliquer les variations.

Conclusion

Ce chapitre a apporté les connaissances nécessaires sur les microstructures colonnaires pour la mise en place de l'essai LASAT dans cette thèse. L'ensemble des échantillons a été classé en cinq grandes familles de microstructures colonnaires de zircone. La famille A correspond aux structures usuellement rencontrées dans la littérature. Elle résulte de la croissance de cristaux de zircone à partir des premiers germes formés à la surface de l'alumine. Les conditions de déposition, en particulier l'orientation, la rotation et la température de l'éprouvette sont responsables d'une croissance préférentielle de certaines orientations cristallines. La famille E est constituée de colonnes aussi, mais dont le mécanisme de croissance est dominé par la germination. À une échelle fine, ces colonnes se présentent comme un entassement de grains. Les familles B, C et D correspondent à des niveaux intermédiaires entre A et E, où le phénomène de croissance par germination est plus ou moins prononcé au regard du mécanisme de croissance par diffusion surfacique des adatomes. Il a aussi été mis en évidence que les coupures des faisceaux d'électrons pendant le cycle d'EB-PVD sont responsables de discontinuités dans la croissance des colonnes, à cause de la chute de température. Ces lignes de regermination sont aisément détectées sur des fractographies de revêtements de type A. En revanche, elles sont presque invisibles dans la famille E. La microstructure des colonnes induites par le mode de croissance en est la cause.

Le comportement optique des revêtements de zircone yttriée appliqués par EB-PVD révèlent quelques spécificités. Le type de microstructure colonnaire est responsable de divergences dans la blancheur des dépôts de zircone. Plus la structure colonnaire est proche de la famille E, plus elle ressort blanche. Cependant, avant de faire cette observation, il est nécessaire de s'assurer que les dépôts comparés soient à l'équilibre stœchiométrique, car une zircone yttriée sous-stœchiométrique possède une couleur grise. Un traitement thermique sous air permet de rétablir la teneur en oxygène dans la céramique et donc de rectifier son niveau de gris.

Chapitre 4

Endommagements générés par cyclage thermique et par LASAT

Sommaire

Introduction

La connaissance de la microstructure de la couche de zircone EB-PVD n'est pas suffisante pour prédire l'évolution d'une barrière thermique dans une turbine. Les durées de vie de ces revêtements sont aussi influencées par le superalliage, la sous-couche, la couche d'alumine et leurs interfaces. Afin de comprendre la fissuration, qu'elle survienne en cyclage thermique ou qu'elle soit générée par LASAT, il est nécessaire de connaître l'état initial de l'ensemble du système barrière thermique. Cette connaissance doit permettre ensuite de comprendre l'endommagement qui est produit par LASAT. En effet, l'application de cet essai d'adhérence sur ces systèmes ne paraît pas naturelle car le LASAT n'est pas représentatif des conditions de vie d'une barrière thermique. Cependant, il sera démontré qu'il caractérise bien les zones considérées comme critiques pour la durée de vie de ces revêtements.

Ce chapitre va donc permettre dans un premier temps d'identifier les différences initiales, c'est-à-dire après leur production, entre les échantillons de barrières thermiques employés sur cette thèse. Les observations se focalisent sur la couche d'alumine et ses deux interfaces, avec la sous-couche et la zircone. Le vieillissement par 100 ou 200 cycles thermiques d'une heure à 1100°C sous air est ensuite utilisé pour observer l'évolution des couches et des interfaces et comprendre leur dégradation en service.

Dans une seconde partie, le cyclage thermique est mené jusqu'à l'écaillage total de la zircone. Les transformations qui sont responsables du décollement de la barrière thermique sont observées pour chacune des préparations de revêtement. Il est alors possible d'identifier les zones sensibles pour la durée de vie de ces systèmes et de comprendre les mécanismes d'endommagement.

Enfin, la dernière partie présente les endommagements que génère le LASAT sur ces mêmes revêtements. Les fissures sont comparées aux défauts et évolutions observées dans les parties précédentes afin de comprendre le mécanisme de rupture par les ondes de choc dans des barrières thermiques brutes d'élaboration mais aussi vieillies en cyclage thermique.

4.1 Description des interfaces des barrières thermiques l'étude

Dans les paragraphes à suivre, les interfaces sont caractérisées dans leur état brut d'élaboration et vieilli par cyclage thermique à 1100°C. Suivant les compositions et les préparations de chaque couche, les systèmes évoluent différemment. Bien que la bibliographie soit déjà très riche sur ce sujet, cette étape de caractérisation des différentes préparations de l'étude est nécessaire pour ensuite comprendre les écaillages provoqués par le cyclage thermique et ceux générés par le choc laser.

4.1.1 Interfaces de barrières thermiques brutes d'élaboration

L'ensemble de l'étude a essentiellement porté sur des revêtements usuels de SNECMA. Ce dépôt sert donc de référence pour l'analyse du comportement en fissuration. Bien que cette thèse concerne le potentiel industriel de l'essai LASAT pour les revêtements SNECMA, son utilisation sur des systèmes originaux est aussi envisagée. C'est pourquoi quatre préparations de sous-couche sont exploitées :

- Préparation I : Référence SNECMA
- Préparation II : Sans Pt dans la sous-couche
- Préparation III : Sablage fort de la sous-couche
- Préparation IV : Polissage de la sous-couche

Les détails sur les quatre procédures d'élaborations ont été données dans le paragraphe 2.1.2.

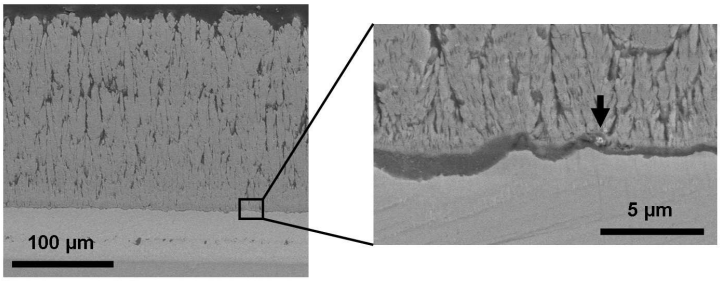
Les observations MEB en électrons rétrodiffusés pour chaque préparation sont rassemblées dans la figure 4.1. Les images à gauche donnent les vues d'ensemble avec la sous-couche et le revêtement de zircone en entier, et à droite la couche d'alumine et les interfaces associées en vues détaillées.

Pour les quatre préparations I à IV, les colonnes de zircone sont identiques et se rapprochent plutôt de la famille B. En effet, afin de réduire toute dispersion entre les échantillons, comme la microstructure ou les épaisseurs des couches, les dépôts ont été réalisés simultanément pour les quatre préparations. Naturellement, le lot II sans Pt n'a pas subi l'étape d'électrodéposition du platine. Ensuite, tous les pions présentés ont été revêtus en même temps dans l'enceinte EB-PVD.

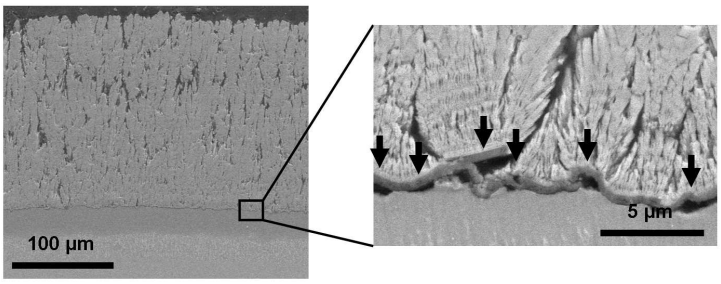
Les préparations I, III et IV ont les mêmes contrastes chimiques (niveaux de gris) en électrons rétrodiffusés (Fig. 4.1) entre le substrat, la sous-couche, l'alumine et la zircone. Ces quatre couches sont de composition identique pour ces trois lots. La préparation II est contrastée différemment au niveau de la sous-couche car l'absence de Pt, élément lourd dans le tableau périodique, inverse le contraste entre la sous-couche $NiAl$ et le superalliage.

Les lots I et II présentent des rugosités équivalentes en surface de la sous-couche. Cependant pour la préparation II, à fort grossissement la couche d'alumine brute d'élaboration apparait déjà fortement décollée localement de la couche de $NiAl$. Les flèches noires ont pour but de repérer justement les défauts de liaison entre la couche d'alumine et ses interfaces. L'effet néfaste du manque de platine peut facilement être relié à la présence de fissures à l'interface sous-couche/alumine pour des échantillons bruts d'élaboration. Le lot III présente une interface très cohérente entre l'alumine et la sous-couche avec une rugosité prononcée mais sans décohésion. Malgré la rugosité élevée de la couche métallique, l'alumine de croissance est parfaitement adhérente à la sous-couche. Très localement, certains défauts sont cependant visibles, localisés par des flèches noires sur la figure 4.1(c). Ceci met ainsi d'autant plus en avant la composition $(Ni,Al)Pt$ car dans ce cas (lot III), la surface très irrégulière de la sous-couche n'est pas favorable à une interface saine. Le lot

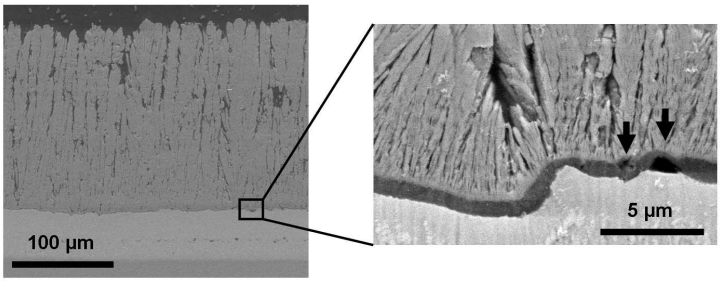
IV correspond à la sous-couche polie au papier $SiC600$ avant le dépôt d'EB-PVD. Cette préparation est responsable de la faible rugosité de la sous-couche. Aucune décohésion n'est visible entre l'alumine de croissance et la sous-couche car la liaison de l'interface est favorisée par le Pt et par la surface lisse.



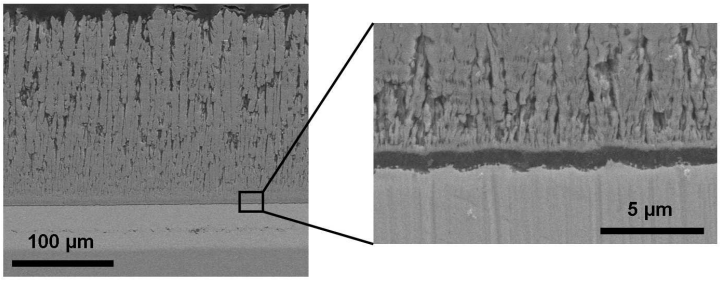
(a) Préparation I : référence



(b) Préparation II : sans Pt dans la sous-couche



(c) Préparation III : sablage fort de la sous-couche



(d) Préparation IV : polissage de la sous-couche

Figure 4.1 – Observations MEB en électrons rétrodiffusés de coupes des différentes gammes de revêtements non vieillies

Les épaisseurs des couches d'alumine sont très proches après déposition EB-PVD, variant de 400 nm à 1 μm sur un même échantillon. La préparation II semble révéler une épaisseur un peu moins importante, de 400 nm à 700 nm.

L'observation de la liaison alumine/zircone montre un contact homogène pour toutes les préparations.

En examinant la couche d'alumine et ses interfaces, il ressort que la rugosité de la sous-couche influence l'aspect morphologique de la couche de zircone EB-PVD sur les premiers micromètres de cette dernière. Avec la préparation IV, la sous-couche lisse conduit à des premières colonnes de zircone homogènes et parallèles entre-elles. Pour les autres préparations, les aspérités locales sont responsables de colonnes naissantes non parallèles qui vont se rencontrer durant leur croissance, produisant des défauts dès les premiers micromètres de la structure de zircone. Ainsi, du fait de ces orientations de croissance, des blocs triangulaires de zircone peuvent être dissociés du reste du revêtement. Ces blocs sont appelés les "corn kernel defects" (défauts en forme d'épis de maïs) [YPM06] ou les "pinched-off regions" (les zones pincées) [MES01].

4.1.2 Interfaces de barrières thermiques vieillies par cyclage thermique

Des échantillons des quatre préparations ont été cyclés 200 cycles de 1h à 1100°C afin d'étudier l'évolution des caractéristiques des interfaces par ce traitement. Les pions de la préparation II, sans platine dans la sous-couche, ont tous écaillé à la sortie du four après les 200 cycles. L'observation de leurs interfaces n'est donc pas présentée. Les caractérisations relatives aux préparations I, III et IV sont données dans la figure 4.2.

Pour les lots I, III et IV après 200 cycles, la croissance de la couche d'alumine est bien avérée. Les préparations I et III révèlent une épaisseur d'alumine localement entre 2 et 4 μm. La préparation IV est plus limitée, entre 1 et 2,5 μm. La croissance de l'alumine sur une sous-couche polie est moins importante que pour des préparations sablées.

Après 200 cycles, la rugosité de la sous-couche, ainsi que celle de la couche d'alumine sont très différentes suivant les préparations. L'interface entre la sous-couche et l'alumine de l'échantillon poli (IV) évolue morphologiquement et présente des aspérités, en forme de pics, inférieurs à 1 micromètre en largeur et en hauteur. Pour cette préparation, la couche d'alumine englobe ces pics localisés tandis que sur son interface avec la zircone, elle conserve une allure lisse. Les interfaces et les différentes couches ne présentent pas de fissure ou de décohésion.

La préparation usuelle SNECMA, lot I, subit une forte modification du profil de la surface de sa sous-couche après 200 cycles. La surface est soumise aux phénomènes de "rumpling" et "ratcheting" [MES01](paragraphe 1.1.3). Le rumpling se traduit par l'augmentation de la rugosité avec la création de larges ondulations. Le ratcheting conduit à un

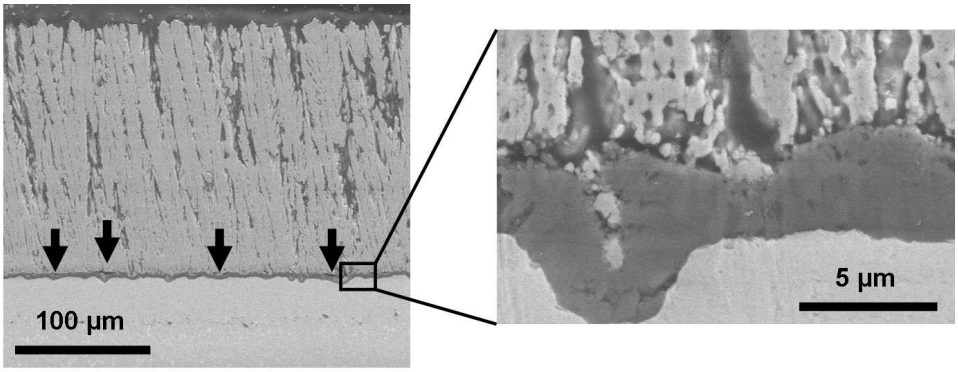
enfoncement plus local de la surface de la sous-couche avec la couche d'alumine qui suit cette déformation et reste adhérente à cet endroit. Ces mécanismes entrainent la formations de défauts, essentiellement entre la zircone et l'alumine (flèches sur la figure 4.2(a)). Ces phénomènes sont aussi obtenus pour la préparation III (sablage intense) mais avec une plus forte amplitude (Fig. 4.2(b)). Pour les deux préparations I et III, la couche d'alumine reste adhérente à la sous-couche, et se déforme pour épouser les modifications de la surface de la sous-couche. Dans les deux cas, I et III, des fissures pouvant atteindre quelques dizaines de micromètres sont visibles à la base de la zircone. Ces ruptures sont localisées à l'interface alumine/zircone, mais peuvent légèrement dévier dans les deux couches de céramique sur quelques micromètres, en fonction du profil local de l'interface. Ces fissurations locales sont repérées par les flèches sur la figure 4.2. La préparation III génère, après 200 cycles, des fissures plus nombreuses et plus étendues que la préparation I, bien que leurs densités initiales (brut d'élaboration) paraissaient proches. Une rugosité initiale élevée favorise durant les 200 premiers cycles thermiques, la formation de cavités et de fissures entre la zircone et l'alumine.

Les évolutions observées sur la figure 4.2 sont le résultat des différents mécanismes physiques, chimiques et thermomécaniques qui se produisent pendant les cycles thermiques. Les échantillons ne contenant pas de Pt dans la sous-couche ont écaillé à la sortie du four, car ils avaient atteint un niveau d'endommagement trop important pour que les interfaces résistent aux contraintes thermomécaniques et à l'humidité dans l'air [DCHM09] [SMI08] [SMI09] [SMI10] [SMI11]. Il est cependant important de souligner, que pour cette préparation, les dépôts ont écaillé plutôt à l'interface alumine/sous-couche, en accord avec les observations de Déneux et al [DCHM09], et de J. L. Smialek [SMI11].

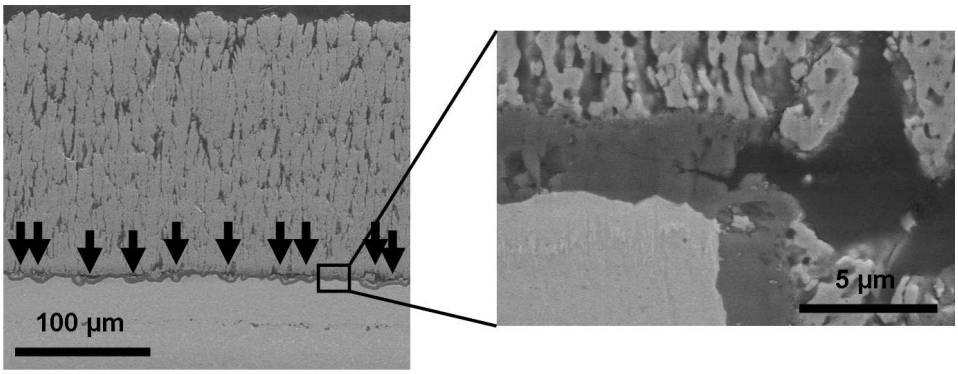
La préparation IV avec polissage, subit quelques déformations de la sous-couche suite au cyclage thermique. Cependant la couche d'alumine arrive à absorber ces déformations via sa croissance et via de légères déformations. La rugosité entre la zircone et l'alumine n'est pas affectée. Ainsi l'ensemble des couches et des interfaces reste intact même après 200 cycles d'1h à $1100°C$. L'absence d'endommagement de la couche d'alumine est responsable de son épaisseur moindre pour cette préparation. En effet, l'alumine joue le rôle de barrière de diffusion des ions oxygène vers la sous-couche. Pour la préparation IV, l'alumine reste intègre car elle ne subit presque aucune déformation, et elle joue donc au maximum le rôle de barrière de diffusion. Pour les autres préparations, l'alumine est localement endommagée par les déformations qu'elle subit, et ainsi la diffusion de l'oxygène est plus aisée, favorisant la croissance de l'oxyde.

Les observations permettent de distinguer deux familles de décohésion. La première, pour la préparation II sans platine, révèle l'importance de l'adhérence "chimique", ou adhésion, qui va permettre de conserver une interface favorable à la liaison entre la sous-couche et la couche d'oxyde. Les autres préparations révèlent l'endommagement qui se produit essentiellement à l'interface entre la zircone et l'alumine, et qui va induire la

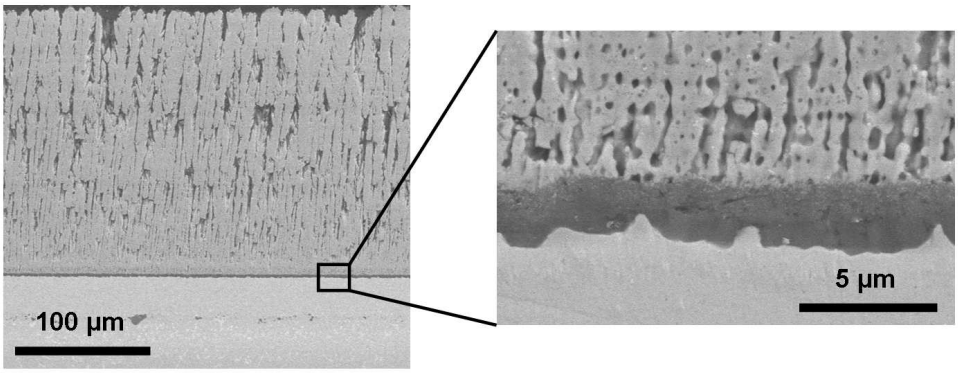
rupture mécanique du système. Cependant, ces deux phénomènes (adhésion + endommagement) sont liés, et ne peuvent être totalement dissociés. La composition chimique de la sous-couche influencera le rumpling et le ratcheting, tout comme les contraintes induites par l'augmentation de la rugosité favoriseront la décohésion entre la sous-couche et l'alumine.



(a) Préparation I : référence vieillie 200 cycles



(b) Préparation III : sablage fort de la sous-couche vieillie 200 cycles



(c) Préparation IV : polissage de la sous-couche vieillie 200 cycles

Figure 4.2 – Observations MEB en électrons rétrodiffusés de coupes des différentes gammes de revêtements vieillies 200 cycles

4.2 Modifications et fissurations des barrières thermiques en cyclage

Les interfaces des barrières thermiques étudiées ont été présentées brutes d'élaboration et après vieillissement par cyclage thermique durant 200 cycles (paragraphe 4.1). Ici, les observations ne concernent que le système de référence I, pour inspecter l'évolution des couches au cours du cyclage thermique, jusqu'à écaillage du système.

4.2.1 Modifications de la microstructure de la zircone en cyclage thermique

Le cyclage thermique est conduit à une température de 1100°C qui est très inférieure à la température de fusion de la zircone yttriée ($\approx$ 2000°C). Cependant, des modifications par frittage de la microstructure sont observées. La figure 4.3 montre une image de la base des colonnes du revêtement de barrière thermique EB-PVD, brut d'élaboration et après 200 cycles à 1100°C. L'élaboration permet d'avoir une structure des premières colonnes de zircone bien organisée sous forme de fibres ou filaments ondulés perpendiculaires à la surface. Une première bande de zircone sous forme d'aiguilles d'une hauteur d'environ 300 nm, se situe juste au dessus de la couche dense et homogène d'alumine. Ensuite, une croissance de petites colonnes avec des espaces intercolonnaires très fins ($\approx$ 100 nm) donne une allure ondulée, et des colonnes sous forme de serpentins. La même région interfaciale observée après 200 cycles à 1100°C conserve une allure de colonnes en serpentins mais la structure fine s'est densifiée faisant disparaître les aiguilles constitutives des colonnes initiales.

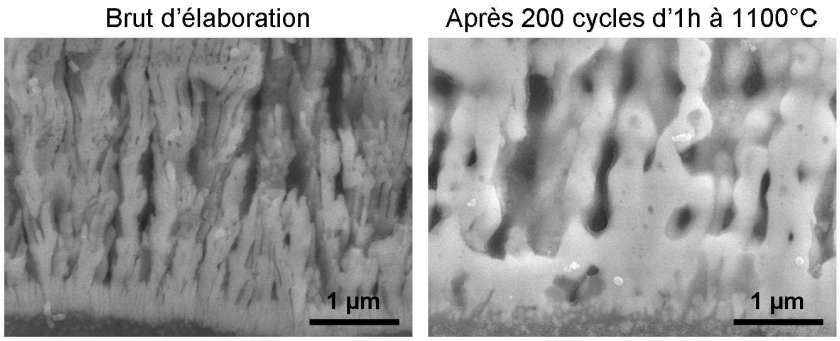


Figure 4.3 – Images MEB en électrons rétrodiffusés de la base du revêtement de zircone EB-PVD avant et après cyclage thermique (200 cycles à 1100°C)

Les premières colonnes qui se développent par EB-PVD sont si fines quelles ressemblent à des fibres. La rotation des échantillons pendant l'étape de dépôt induit une croissance de la couche en séquences, qui correspondent aux instants où la surface est en vis-à-vis des

cibles de zircone vaporisées. Ainsi la première strate de 300 nm observée est le résultat de la couche réalisée pendant la première rotation de l'échantillon face au flux de vapeur de zircone. L'incidence du flux de zircone varie, comme le soleil pour un point de la terre, et est responsable de la croissance en serpentin des colonnes. Dans les premières épaisseurs du dépôt, ce phénomène est visible car la déformation latérale des colonnes n'est pas négligeable vis-à-vis du diamètre des colonnes de zircone. Pour des colonnes plus importantes, cette déformation n'est pas visible.

Le cyclage thermique est responsable d'un frittage des colonnettes qui sont extrêmement fines et proches les unes des autres. Les faibles diamètres de celles-ci, ainsi que leur proximité et la température, provoquent leur coalescence. Des liaisons se forment entre les colonnes. Ce phénomène est responsable du raidissement des revêtements EB-PVD à haute température. Cependant, ces dépôts conservent toujours un comportement mécanique transverse favorable pour accommoder les contraintes thermomécaniques par rapport aux dépôts par projection plasma sous air.

4.2.2 Croissance de la couche d'alumine

La couche d'alumine, appelée parfois TGO pour "Thermally Grown Oxide", est un constituant majeur du système barrière thermique. Elle sert de barrière de diffusion aux ions oxygène qui migrent vers le substrat et pourraient l'oxyder. De plus, elle est la couche de liaison entre la sous-couche métallique et la zircone céramique. Cependant, celle-ci va fortement évoluer avec les cyclages thermiques comme cela est observé sur la figure 4.4. Son épaisseur est inférieure au micromètre après l'élaboration du revêtement et va atteindre plusieurs micromètres après quelques centaines de cycles d'1 heure à 1100°C.

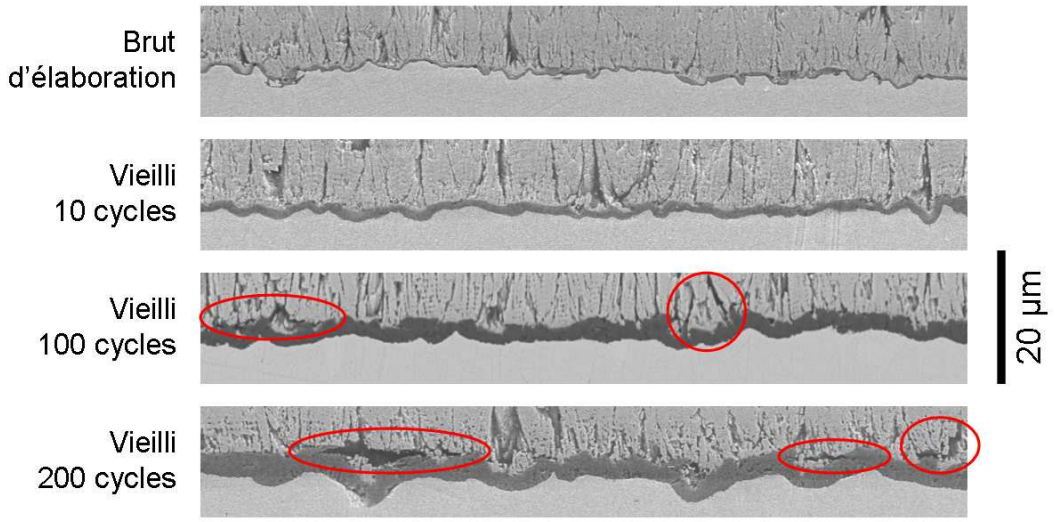


Figure 4.4 – Images MEB en électrons rétrodiffusés de la couche d'alumine avant et après cyclage thermique 1100°C (10, 100 et 200 cycles)

Les images MEB des coupes métallographiques révèlent que sur les deux cents premiers cycles thermiques, aucune fissure ou cavité détectable ne se produit à l'interface sous-couche/alumine. En revanche, à l'interface alumine/zircone, des fissures se forment en surface et en épaisseur de la zircone. Elles sont identifiées en rouge. Ces fissures sont essentiellement localisées entre l'alumine et la zircone et peuvent parfois se propager dans la couche d'alumine quand le profil de celle-ci est incurvé.

Il apparait donc clairement sur la figure 4.4 que la croissance de la couche d'alumine et sa déformation induite par la sous-couche sont responsables de fissurations locales entre la zircone et l'alumine. Ces défauts générés sur quelques dizaines de micromètres vont s'étendre et coalescer cycles après cycles jusqu'à atteindre une surface critique où les contraintes internes engendrent un brusque écaillage de la zircone.

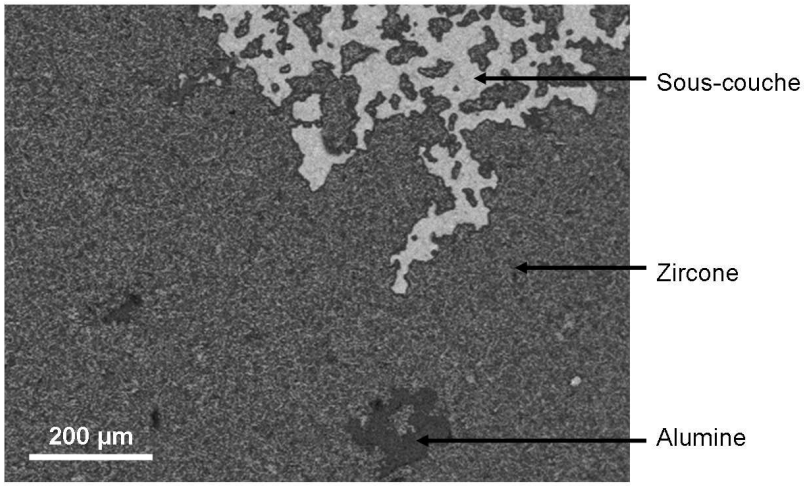
4.2.3 Fissuration et écaillage à l'interface alumine/zircone

Les différentes préparations de sous-couches observées en coupes dans la partie 4.1 ont été cyclées jusqu'à écaillage de la zircone. Cet essai donne une idée de la durée de vie du revêtement vis-à-vis des variations de température dans un moteur. Le nombre de cycles atteint par un échantillon, avant l'écaillage d'une surface définie de revêtement (dans notre cas, 20% de la surface totale) est une donnée représentative de la durée de vie du dépôt. Après cyclage et écaillage, les surfaces des échantillons ont été observées en vue de dessus. Ce type de caractérisation permet de caractériser la matière qui est restée adhérente.

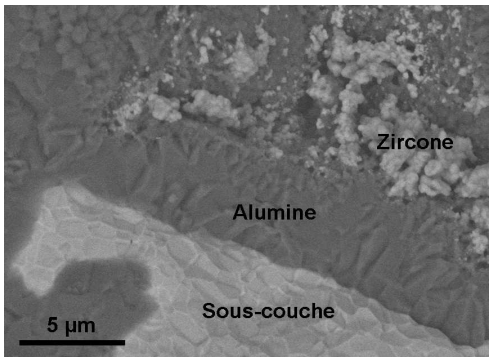
Une observation par MEB à faible grossissement en électrons rétrodiffusés de la surface écaillée d'un pion initialement revêtu de zircone est donnée dans la figure 4.5(a). Trois zones distinctes existent qui proviennent des trois couches préexistantes : la sous-couche, l'alumine et la zircone. La zone fléchée "zircone" est en fait composée d'îlots de zircone qui surmontent encore la couche d'alumine sous-jacente. À fort grossissement au MEB, dans une région qui juxtapose les trois zones (Fig. 4.5(b)), le contraste chimique révélé par les électrons rétrodiffusés montre la sous-couche en clair, la couche d'alumine en sombre, et au dessus des résidus de zircone également en clair. La sous-couche présente une surface facettée, qui est l'empreinte des grains de la couche d'alumine supérieure [SG10].

La vue de dessus montre que la majorité de la surface mise à nue par l'écaillage est composée d'alumine surmontée de résidus de zircone. Ces résidus toujours adhérents à l'alumine, se présentent soit en grappes, soit en nodules isolés. À plus fort grandissement dans la figure 4.5(c), les nodules de zircone qui sont inférieurs au micromètre sont enchâssés dans la surface de l'alumine qui présente aussi des pores. Cette observation est représentative des échantillons de référence de l'étude.

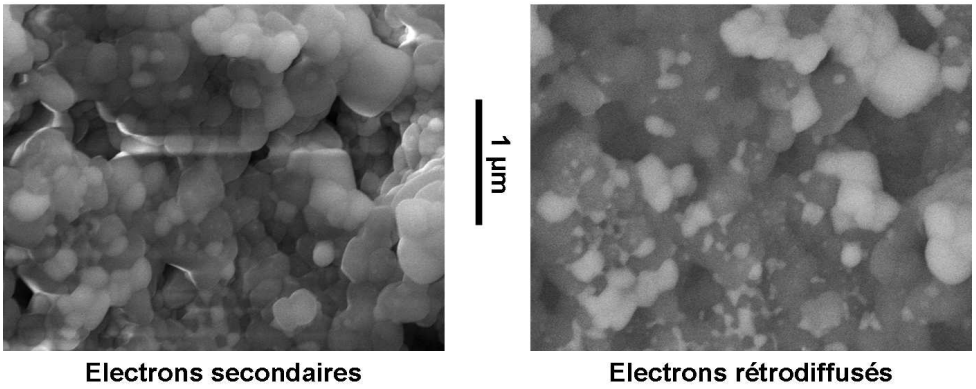
Ces caractérisations en vue de dessus révèlent que l'écaillage par cyclage thermique produit une fissure essentiellement entre la zircone et l'alumine, ce qui est en accord avec



(a) Image MEB BSE de la surface après écaillage



(b) Image MEB en électrons rétrodiffusés d'une zone de transition pour la fissuration entre les couches alumine/zircone et sous-couche/alumine



(c) Nodules de zircone (en clairs) enchâssés dans l'alumine (en sombre)

Figure 4.5 – Images MEB en vue de dessus d'une zone écaillée par cyclage thermique (préparation de référence)

les observations faites en coupes après 200 cycles (Fig.4.4). Quelques résidus de zircone restent adhérents à l'alumine. Plusieurs phénomènes peuvent expliquer ce type de rupture. En premier, la croissance EB-PVD ne génère pas un dépôt dense et parmi les premiers germes formés, certains sont isolés du reste du dépôt de zircone. Ils ne seront probablement pas entrainés avec le dépôt au moment de son écaillage. En deuxième explication, comme la surface de l'alumine n'est pas rigoureusement plane, les premières épaisseurs de zircone étant constituées de colonnes de petits diamètre, la fissure a tendance à traverser la base de la zircone dans les zones d'enfoncement local de l'alumine, telles les "corn kernel defects". Enfin, en troisième explication, la croissance de la couche d'alumine, peut éventuellement croître autour des premiers nodules de zircone, qui sont ainsi enchâssés dans la couche d'alumine.

4.2.4 Fissuration et écaillage à l'interface sous-couche/alumine

Comme observé sur la figure 4.5(a), la sous-couche peut aussi être mise à nue après écaillage. Les zones correspondantes sont assez discontinues et contiennent des îlots constitués d'alumine et de zircone résiduelle. À plus fort grossissement (Fig. 4.5(b)), la sous-couche mise à nue présente une surface facettée. L'alumine, couche centrale sombre, révèle les grains de sa microstructure. Certaines surfaces sont totalement composées d'alumine (Fig. 4.5(a)), sans aucun résidu de zircone. Ce cas est très minoritaire.

En observant une zone de transition d'un écaillage entre la zircone et l'alumine, à une décohésion entre la sous-couche et l'alumine (Fig. 4.6), il est possible de voir le décollement de l'alumine. La surface très ondulée et facettée de la sous-couche est visible.

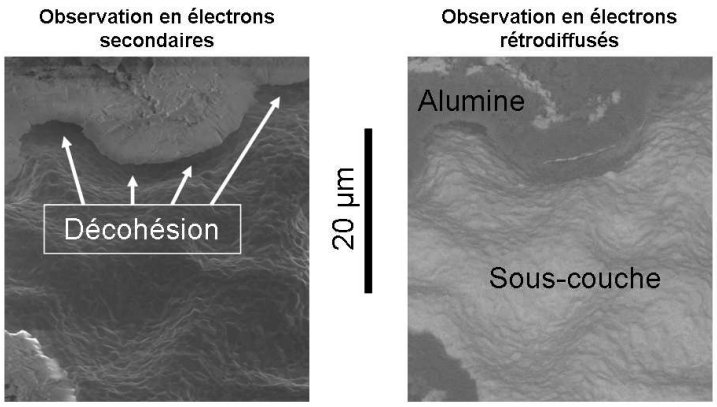


Figure 4.6 – Images MEB en vue de dessus du décollement de la couche d'alumine dans une zone d'écaillage par cyclage thermique

L'écaillage produit sur ces préparations de référence I, est essentiellement entre la zircone et l'alumine mais si la fissure bifurque vers l'interface alumine/sous-couche, elle traverse la couche d'alumine et révèle sa structure comme dans la figure 4.5(b). Les grains

identifiables sont colonnaires dans la direction de l'épaisseur de la couche d'alumine. La sous-couche nue présente une surface facettée qui est l'empreinte de la base des grains d'alumine [SG10]. Les régions où seule de l'alumine est détectée peuvent s'expliquer soit par une fissuration au sein de l'alumine, soit par un pré-décollement entre la sous-couche et l'alumine avant la fin du cyclage. Ainsi, la sous-couche mise à nue localement génère une nouvelle couche d'alumine qui est différente et dissociée de la précédente écaillée avec la zircone. Au moment de l'écaillage par cyclage thermique, la zircone entraîne la première couche d'alumine mais la nouvelle reste adhérente à la sous-couche et ne présente donc pas de résidu de zircone à sa surface.

4.3 Fissuration de barrières thermiques par choc laser LASAT-2D

L'essai LASAT appliqué aux barrières thermiques a pour but de mesurer la tenue mécanique du dépôt de zircone, à un instant donné de la vie du revêtement. Ce paragraphe recense les faciès de ruptures types qui sont générés par l'onde de choc pendant sa propagation dans le système revêtu.

4.3.1 Fissuration de l'interface alumine/zircone

4.3.2 Brute d'élaboration

La méthode la moins invasive pour caractériser la rupture provoquée par l'onde de choc consiste à observer directement l'échantillon en vue de dessus pour un cas où l'énergie laser apportée a permis l'écaillage avec envol du revêtement sur un diamètre de quelques millimètres. La figure 4.7 rassemble les observations par MEB en électrons secondaires pour obtenir un contraste topographique d'une zone écaillée par choc laser, et en électrons rétrodiffusés pour le contraste chimique. En électrons secondaires sur la figure 4.7, un bombé circulaire est observé autour de l'écaillage. À plus fort grandissement, l'observation dans la surface écaillée montre de fortes aspérités topographiques. Le contraste chimique révèle la mise à nu de différentes phases. À très fort grandissement, et avec une incidence oblique, le relief prononcé peut se décrire par des pics de 10 μm qui correspondent probablement à de la zircone rompue ou des "corn kernel defects". Les phases les plus claires en électrons rétrodiffusés sont visibles dans les enfoncements et présentent un faciès facetté associé à la sous-couche et déjà observé dans les écaillages par cyclages thermiques. Ces régions claires sont délimitées par un liseré foncé qui correspond à la couche d'alumine.

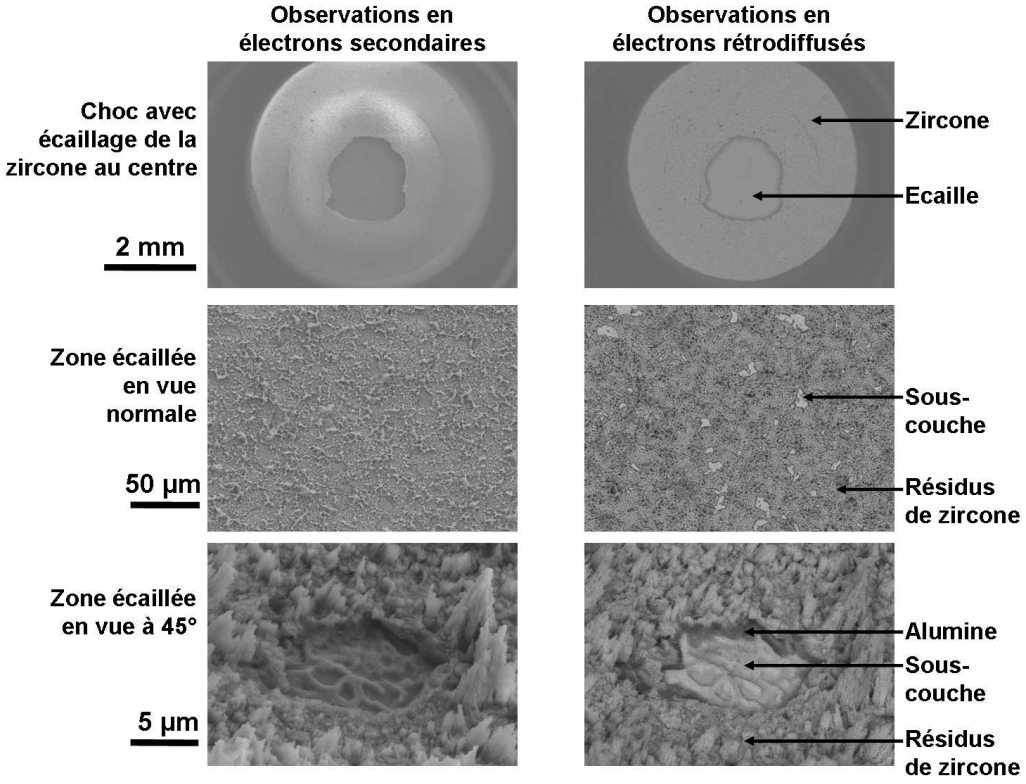


Figure 4.7 – Images MEB en vues de dessus de la surface de rupture après écaillage par choc laser

Une coupe métallographique en figure 4.8 d'un choc LASAT avec écaillage révèle le bombé de déformation déjà observé en électrons secondaires en vue de dessus (Fig. 4.7). Il est avéré aussi par coupe métallographique que l'écaille n'est pas représentative de la surface de décohésion entre la zircone et le substrat. La fissure interfaciale provoquée par le choc laser est beaucoup plus étendue que la zone avec l'écaillage de la zircone. Enfin, la sous-couche reste parfaitement adhérente au substrat et aucun endommagement n'est observé en son cœur. La décohésion par choc laser siège dans une zone proche de l'alumine et se propage parfois dans la zircone.

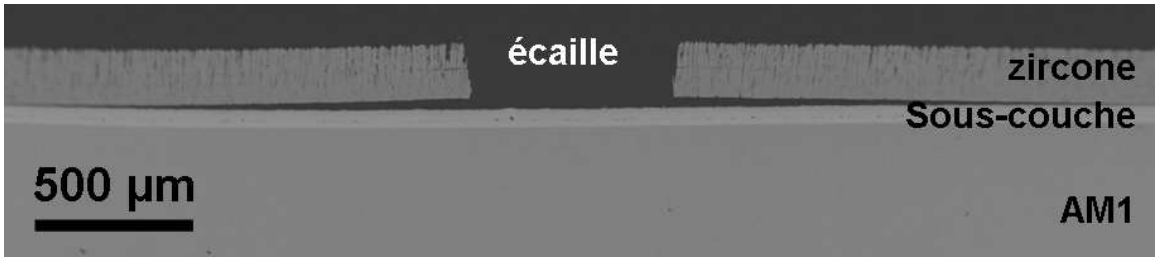


Figure 4.8 – Image MEB en électrons rétrodiffusés d'une coupe transversale de l'ensemble d'une fissure générée par LASAT sur une barrière thermique EB-PVD

Une coupe métallographique, en figure 4.9, d'une fissure formée par LASAT montre que les blocs de zircone assez volumineux, inférieurs à 10 micromètres de haut, restent adhérents à l'alumine, pour des zones de décohésion avec ou sans écaillage. L'essentiel de la fissure est situé dans les premiers micromètres de la couche de zircone ($\approx$ 1-5 μm). Plus localement, la décohésion peut se situer à l'interface alumine/zircone et plus rarement à l'interface alumine/sous-couche.

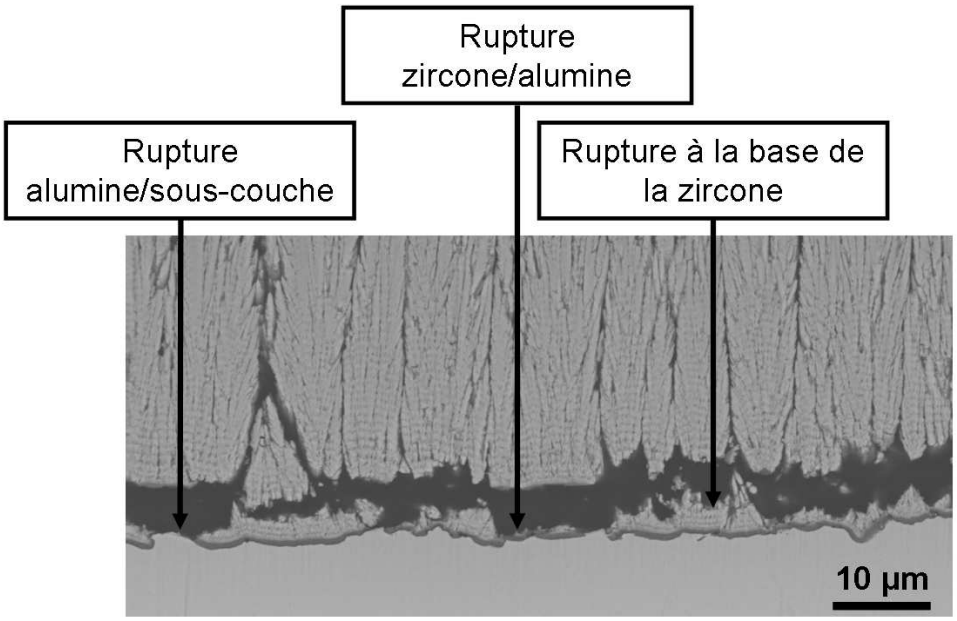


Figure 4.9 – Vue de détail MEB en électrons rétrodiffusés d'une fissure générée par LASAT

4.3.3 Après cyclage thermique de vieillissement

L'examen des interfaces de barrières thermiques EB-PVD qui ont été vieillies par cyclage thermique préalablement au choc laser, présente un faciès de rupture (Fig. 4.10) qui évolue sensiblement en fonction du nombre de cycles thermiques. De manière générale, la fissure se produit au dessus de la couche d'alumine pour tous les vieillissements. Avec le cyclage de la barrière thermique, la fissure est presque exclusivement localisée entre la zircone et l'alumine. Il y a nettement moins de débris de colonnes de zircone qui restent liés à la couche d'alumine sous-jacente.

Dans le cas d'échantillons non vieillis, l'essai LASAT rompt les zones les plus fragiles. Or, la zircone est composée de nombreux filaments fins à sa base, de défauts de formes type "corn kernel defects" et d'une alumine rugueuse qui ne sont pas favorables à une décohésion nette à l'interface alumine/zircone. Ainsi la fissure sera plutôt dans les premiers micromètres de zircone. Cependant, comme les colonnes grossissent avec la hauteur du dépôt de zircone, la fissure est limitée dans la région proche des interfaces.

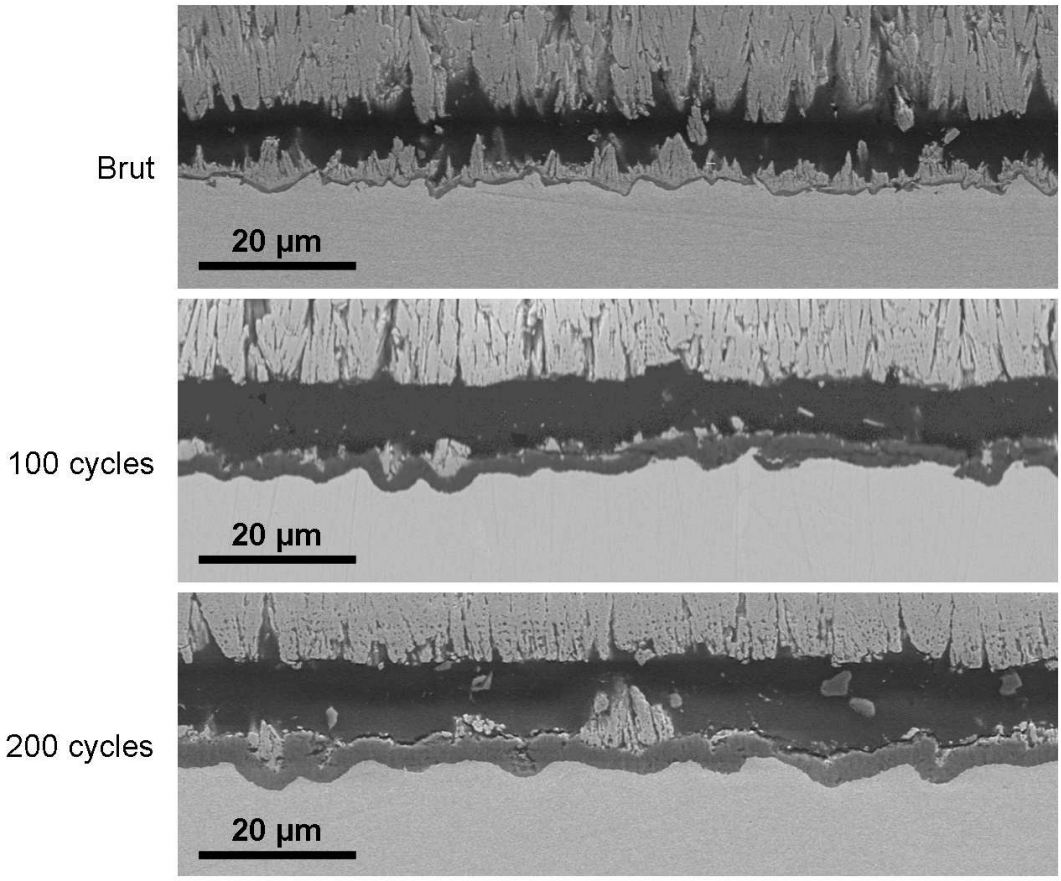


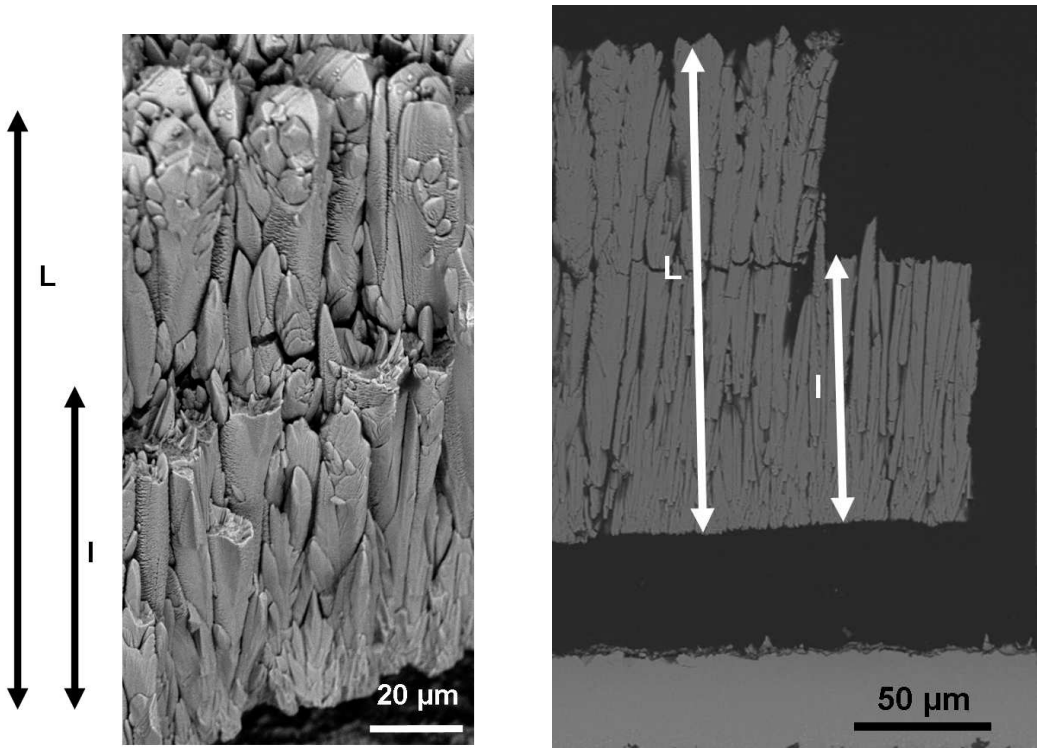
Figure 4.10 – Vue de détail MEB en électrons rétrodiffusés de la fissure générée par LASAT sur des barrières thermiques avant et après cyclage thermique

Les échantillons qui sont préalablement vieillis avant le choc laser présentent deux aspects qui vont favoriser une fissuration proche de l'alumine. En premier, comme vu dans la partie 4.2.2, les décohésions locales engendrées par le cyclage forment des zones fragiles et l'onde de choc fissurera à partir de ces défauts. Le traitement thermique est aussi responsable d'un frittage qui densifie et solidifie les colonnettes fines, et les défauts de formes des colonnes de zircone, ainsi il est moins évident pour l'onde de choc en traction, de fissurer la base du revêtement de zircone car le frittage l'a renforcé. La fissure va alors rechercher une région plus propice et s'orienter vers l'interface alumine/zircone pré-endommagée.

Ces observations démontrent que l'essai LASAT est représentatif de la tenue mécanique de la barrière thermique à un instant donné de sa vie. Même si une légère différence persiste dans la fissuration en fonction du vieillissement de la barrière thermique, cet essai endommage la même région qui est rompue par cyclage thermique. En ce sens, il apparaît opportun de mettre en relation l'essai d'adhérence par choc laser avec le cyclage thermique pour caractériser les interfaces fragiles d'une barrière thermique.

4.3.4 Rupture de défauts localisés dans la structure colonnaire de la zircone

Dans certains cas, il a été observé en vues de dessus ou en coupes métallographiques des ruptures au sein de la zircone, très éloignées de la base des colonnes. Une fractographie d'un bord d'écaillage et une observation en coupe de la rupture dans la zircone est donnée sur la figure 4.11. Sur la fractographie, pour certaines colonnes, seulement la moitié basse reste en place, alors que la partie haute est absente par l'envol de l'écaille. De plus, la structure colonnaire qui est visible au niveau de la zone de rupture montre de nombreuses colonnes de diamètre rétrécis par rapport aux colonnes principales normalement obtenues à cette hauteur du dépôt. La coupe métallographique atteste que la fissure à mi-hauteur est localisée sur une zone plus étendue que l'écaille.



(a) Fractographie du bord de l'écaille

(b) Vue en coupe de la rupture au bord de l'écaille

Figure 4.11 – Images MEB en électrons rétrodiffusés de la rupture générée par LASAT sur les lignes de regermination dans le revêtement de zircone

La localisation de cette fissure, coïncide avec la localisation d'un des défauts de croissance décrit en partie 3.2. Ainsi, le rapport l/L est identique à celui obtenu dans la figure 3.9 pour la ligne de regermination 1. Cet échantillon ayant subi le même cycle EB-PVD, les mêmes défauts engendrés par l'interruption du faisceau d'électrons a généré des discontinuités fortes dans la microstructure. Ces zones sont des régions fragiles, que l'onde

de choc peut rompre. Cependant, une seule des lignes de regermination est endommagée mais elle correspond à celle pour laquelle la chute en température pendant le run EB-PVD a été la plus critique. Il est donc probable que ce défaut microstructural soit plus néfaste, même si cela est difficilement observable.

Dans certains cas, cet endommagement est directement détecté en vue de dessus de la zircone (Fig. 4.12). Ici, deux échantillons élaborés simultanément et qui possèdent donc le même défaut induit par l'interruption du faisceau d'EB-PVD sont présentés. L'un a été choqué brut d'élaboration, l'autre a subit un choc laser après un traitement thermique de 100 cycles.

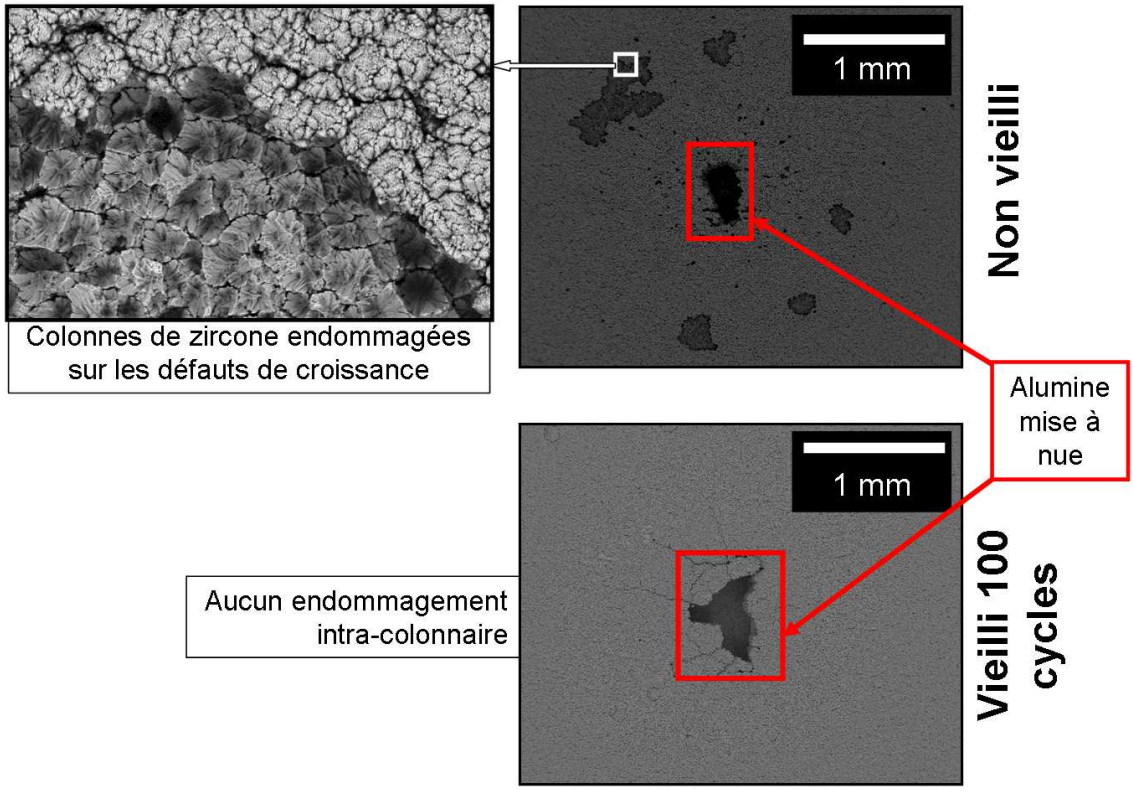


Figure 4.12 – Images MEB en électrons rétrodiffusés en vues de dessus, de deux échantillons identiques à l'origine. Rupture des lignes de regermination pour la zircone brute d'élaboration.

Sur l'échantillon non vieilli, un écaillage total de la zircone est visible au centre. Il en est de même pour l'échantillon vieilli. Cependant sur l'échantillon brut d'élaboration, et après choc laser, quelques zones ressortent ou la zircone a été sectionnée dans sa structure, à quelques dizaines de micromètres de la surface libre. Ces défauts souvent rencontrés pour des échantillons "frères" (même run EB-PVD) et bruts d'élaboration, n'a jamais été observé sur une barrière thermique vieillie 100 ou 200 cycles.

L'interruption du faisceau EB-PVD est responsable d'une regermination et de la formation d'une zone fragile constituée de petites colonnes favorable à la fissuration. Le

cyclage thermique permet de consolider ces colonnes entre elles en créant des liaisons. Ainsi, il est beaucoup plus difficile de rompre la zircone sur ces défauts de croissance qui sont comme effacés par le cyclage thermique.

Conclusion

La cause première de l'endommagement par cyclage thermique est la dégradation de la liaison alumine-zircone. Ce mécanisme est provoqué par l'augmentation de la rugosité de la sous-couche. L'alumine accompagne et suit ces déformations. En revanche, la zircone ne suit pas ces évolutions, et il se forme alors des fissures et des cavités entre elle et l'alumine. Avec le vieillissement thermique, ces défauts grandissent, et coalescent quand la surface encore adhérente n'est pas suffisante pour absorber les contraintes dans le revêtement. Si la sous-couche ne contient pas de Pt, sa liaison avec l'alumine présente de nombreux défauts à partir desquels la fissure se propage. Dans le cas où le vieillissement est poussé jusqu'à l'écaillage de la zircone, les vues de dessus révèlent que la majorité de la délamination se passe entre la zircone et l'alumine pour les préparations contenant du Pt. Des nodules de zircone sont d'ailleurs observés en surface de l'alumine. Le cyclage thermique est aussi responsable du frittage des colonnes de zircone. Ce phénomène est particulièrement visible à la base du dépôt, constitué, à l'état brut d'élaboration, de filaments. Le cyclage thermique supprime cette structure et génère un bloc, avec des cavités.

Par choc laser, la fissuration se produit aussi essentiellement entre l'alumine et la zircone. L'essai LASAT permet donc bien de caractériser l'interface fragile mise en cause dans le vieillissement thermique. Pour des dépôts bruts, la décohésion par laser laisse des résidus importants sur l'alumine. Avec le vieillissement, l'épaisseur moyenne de zircone restante adhérente à l'alumine diminue. Ceci est un effet de la formation de cavités et aussi de la consolidation de la base des colonnes par frittage en cyclage thermique.

Il est aussi possible d'endommager par LASAT les discontinuités au sein de l'épaisseur de zircone. Dans le cas de l'arrêt du faisceau d'électron pendant l'étape d'EB-PVD, une ligne de regermination se produit dans la structure colonnaire. Si l'onde de choc en traction est suffisante, elle peut aussi rompre cette zone. Ce type de rupture intracolonnaire par LASAT n'a été observé que pour des barrières thermiques brutes d'élaboration. Après vieillissement thermique, ce cas n'a pas été reproduit. Le frittage est ici aussi mis en évidence car il permet de générer des liaisons mécaniques sur la zone fragile du dépôt. Ainsi, la fragilité de cette région est comme effacée.

Les endommagements qui se produisent dans une barrière thermique par cyclage thermique à haute température, sont essentiellement localisés entre l'alumine et la zircone. C'est justement à cette interface que l'essai LASAT rompt les barrières thermiques. De plus, il utilise les points de rupture (cavités et fissures localisés) qui se forment avec le vieillissement, pour propager une macro-fissure circulaire de plusieurs millimètres de diamètre. Ce sont ces mêmes défauts microscopiques qui entraînent la rupture en cyclage. Le LASAT est donc un candidat crédible pour caractériser la tenue mécanique des barrières thermiques.

Chapitre 5

Détection et dimensionnement des fissures générées par LASAT

Sommaire

Introduction

Le chapitre précédent a permis de caractériser les endommagements par LASAT et de les comparer aux écaillages produits par le cyclage thermique. L'essai LASAT est très bref et simple à mettre en place. Cependant, la recherche de décohésions par coupes métallographiques est une étape longue. L'objectif est ici de mettre en place une procédure simple, rapide et non destructrice pour détecter les fissures mises en évidence par coupes métallographiques dans le chapitre précédent. Dans de nombreux cas, la détection de la décohésion d'un revêtement est un problème essentiel. Pour les barrières thermiques, cette difficulté est omniprésente sur pièce ou sur éprouvette. Jusqu'à présent quelques techniques non destructives permettent d'avoir de premiers résultats, comme la thermographie Infra-Rouge, la piézospectroscopie et les ondes guidées. Le paragraphe 1.3.2 présente ces méthodes déjà utilisées. Cependant, elles ne sont pas appliquées industriellement pour des raisons de rapidité d'exécution et d'analyse, de résolution spatiale, ou de facilité de mise en œuvre sur une surface complexe. L'observation des fissures à l'interfaces d'une barrière thermique se pose aussi dans le cas de l'essai LASAT pour statuer sur une décohésion. Pour des énergies laser élevées, la zircone peut être fissurée et écaillée. Cependant, l'envol de l'écaille ne se produit que sur une région limitée qui n'est pas représentative car la fissure, localisée entre la zircone et l'alumine, est plus grande. Pour des fluences laser intermédiaires, la décohésion du dépôt ne peut généralement se détecter que par une coupe métallographique qui est destructive.

Dans ce chapitre, il est recherché des méthodes innovantes pour détecter et dimensionner les zones fissurées par LASAT. Deux comportements des barrières thermiques, leurs propriétés optiques et leurs contraintes internes dans les couches de céramiques, sont utilisées afin de détecter les décohésions.

Dans la première partie, le phénomène de la tache blanche est analysé pour permettre sa compréhension. À partir des informations obtenues, il est proposé plusieurs outils pour améliorer l'observation de ces taches blanches. La méthodologie mise en place n'est pas applicable à tous les revêtements.

Dans les deux parties suivantes, la relaxation des contraintes qui sont présentes dans les barrières thermiques vont être utilisées. Dans un premier temps, l'observation de déformations de la surface de la zircone est mise en œuvre par des images avec un éclairage en lumière rasante et aussi par profilométrie et cartographie du relief de la surface. Ici aussi, des limites se présentent. Dans un second temps, ce sont les contraintes dans la couche d'alumine qui seront recherchées par piézospectroscopie. Il est alors mis en place plusieurs cartographies qui sont comparées aux observations des taches blanches et du relief de la surface de la zircone.

En fin du chapitre, les fissures interfaciales générées par l'essai LASAT seront dimensionnées via les méthodes mises en place qui permettent non seulement de détecter la

fissuration, mais aussi de la délimiter et d'en mesurer son étendue.

5.1 Détection optique par le phénomène de la tache blanche

Les propriétés optiques des barrières thermiques EB-PVD sont particulières et dépendantes de la microstructure de la zircone et de sa stœchiométrie en oxygène. Le comportement optique original de ces dépôts est ici utilisé afin d'investiguer en profondeur les interfaces du système revêtu.

5.1.1 Présentation du phénomène de la tache blanche

L'éprouvette visualisée dans la figure 5.1 correspond à une plaque de superalliage AM1 de 2,2 mm d'épaisseur et de surface 30 $mm \times 50\ mm$. Le revêtement barrière thermique n'est présent que sur une des deux faces. Sur l'autre face (face arrière), le superalliage a été mis à nu par polissage du dépôt préalablement au choc laser.

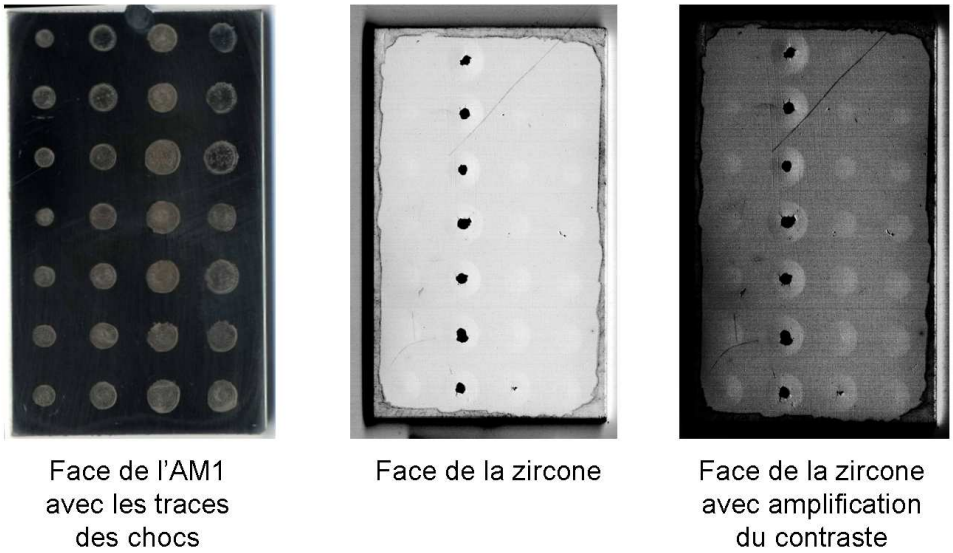


Figure 5.1 – Images optiques numérisées de la face métallique choquée par laser et de la face de zircone correspondante

L'image de gauche sur la figure 5.1 présente un scan numérique de la surface du superalliage après une série de 28 chocs appliqués sur cette face, les uns après les autres. L'emplacement des tirs laser, organisés en quatre colonnes de sept chocs chacune, est directement observé par des taches circulaires à la surface du superalliage, qui sont le résultat de l'interaction laser-matière. La face opposée qui correspond à la zircone, est représentée sur l'image numérisée du centre de la figure 5.1. Il s'agit ainsi de la face

revêtue par la barrière thermique, d'où la couleur blanche. Une colonne de tirs ressort avec sept zones sombres, qui correspondent à des régions où la zircone est écaillée et donc avec une mise à nue des couches d'alumine et de $(Ni,Pt)Al$. En périphérie de ces écailles, la zircone apparaît plus blanche dans certains cas, mais le contraste est très sensible. Enfin, sur les bordures de la plaque, un liseré sombre est visible. Il s'agit d'une pollution provenant du joint de serrage du système de maintien pendant l'essai de choc. En effet, l'échantillon est serré dans un montage durant l'essai LASAT. Afin de ne pas détériorer la zircone pendant le serrage, un joint en caoutchouc est utilisé pour atténuer les efforts. Cet élément laisse des résidus sombres à la surface de la zircone qui, elle, est blanche.

L'image optique numérisée de droite sur la figure 5.1 correspond toujours à la face de zircone, mais pour laquelle le contraste a été amplifié numériquement. Elle révèle des différences en niveau de gris, appelées par la suite "taches blanches", qui sont difficilement visibles par une directe observation visuelle. Ces taches blanches sont de forme circulaire et de taille variable. De plus, chaque zone écaillée est en effet bien entourée d'une zone blanchie. Ces taches blanches sont réparties spatialement comme les chocs laser. Des cas sans tache blanche sont détectables sur la première rangée.

Ces modifications de la blancheur sont en vis-à-vis des zones de choc. En effet, la même répartition en quatre colonnes et sept rangées est repérée. La deuxième colonne sur ces deux images de la surface de la zircone révèle des écaillages de quelques millimètres de diamètre. Ces écailles sont localisées à l'exact opposé des chocs à très hauts flux laser (troisième colonne sur le scan de la surface de l'AM1). Cette exacte symétrie montre la relation entre l'énergie laser appliquée et le niveau de l'endommagement observé. Pour cette série de sept chocs, les fortes intensités laser ont produit d'intenses ondes de choc qui ont permis l'écaillage de la zircone.

Pour les autres colonnes de tirs laser, bien que la zircone soit toujours présente, sa blancheur est localement augmentée sur la face opposée à un choc. Le diamètre de ces taches blanches varie. Ceci correspond à l'augmentation de l'énergie laser sur une série de chocs. Ainsi, pour un diamètre constant de choc, le diamètre de la tache augmente avec l'énergie laser appliquée. De plus, le diamètre de la tache blanche peut être soit plus grand, soit plus petit que celui de la zone choquée. Enfin, pour les faibles énergies laser (première ligne de chocs), il peut n'y avoir aucune tache blanche observée.

Un phénomène identique d'augmentation de la blancheur après choc laser a été mis en évidence par Guipont et al. [GJB+10], mais sur des revêtement d'hydroxyapatite appliqués par projection plasma.

5.1.2 Potentiel et limites de la tache blanche

Plusieurs hypothèses ont été envisagées quant à l'origine de ces changements de blancheur. L'onde de choc qui traverse la céramique peut en modifier son comportement op-

tique. Cependant les taches apparaissent pour certains niveaux d'énergies laser et d'autre part englobent les zones avec un écaillage. Il est fort probable que la zircone, soit suffisamment transparente pour que la présence d'une fissure à son interface avec l'alumine ou la sous-couche modifie le rendu optique. Sur l'hydroxyapatite [GJB+10], Guipont et al. ont démontré, par la réalisation de coupes métallographiques, le lien entre la présence d'une tache blanche et la fissuration de l'interface. Si ce point est confirmé pour les barrières thermiques EB-PVD, l'utilisation de la tache blanche deviendrait un moyen rapide et simple de déterminer la présence d'une rupture interfaciale dans une barrière thermique. Afin de travailler dans cet axe, le phénomène de la tache blanche a été approfondi pour définir les conditions idéales de son observation.

5.1.2.1 Origine spectrale et optimisation de son observation

La blancheur de la zircone dans le cas de revêtements barrières thermiques n'a été étudiée que pour des dépôts réalisés par projection plasma durant les travaux de thèse de V. Debout [DEB07]. Celui-ci a analysé l'évolution du comportement optique de revêtements de zircone en fonction de la stœchiométrie et de la microstructure obtenues avec différents paramètres de déposition. Pour les barrières thermiques EB-PVD après choc laser, il est intéressant de mesurer le phénomène optique conduisant à cette augmentation d'intensité de blanc. Pour cela, des mesures spectrales locales de réflectance ont été réalisées en collaboration avec Mady Elias, professeur à l'Université Pierre et Marie Curie et chercheur dans le groupe "Optique et Art" de l'Institut des Nanosciences de Paris (INSP). Afin d'effectuer des mesures localisées sur un diamètre de 1 mm, une fibre optique a été utilisée pour illuminer la surface des taches blanches. La figure 5.2 présente deux spectres de réflectance dans le visible, l'un sur une tache blanche et l'autre sur une région ayant subi un choc laser mais sans modification de la blancheur de la zircone. Pour les petites longueurs d'ondes, inférieures à 450 nanomètres, la zircone réfléchit autant de lumière quelle que soit la zone analysée. À partir de 500 nm, la zone avec la tache blanche produit une réflectance beaucoup plus importante. L'écart d'intensité du signal renvoyé par la zircone entre les deux zones croit progressivement jusqu'à 800 nm pour un gain d'environ 10%.

La tache blanche est donc bien le résultat d'une réflexion optique plus importante et ce, aux grandes longueurs d'ondes du visible. Cette surintensité lumineuse se traduit pour l'œil en une augmentation de la blancheur. Il est intéressant de noter que le domaine spectral pour observer cette modification est au delà de 500 nm.

Cette méthode de mesure locale de la réflectance ouvre la voie d'une imagerie optique de la surface par sélection des longueurs d'ondes intéressantes afin d'accroître la visibilité des taches. Sur cette base, des clichés avec une caméra multispectrale, développée par la société Lumière Technology (Paris), ont été réalisés. Cet équipement permet de réaliser des images à des longueurs d'ondes souhaitées. La figure 5.3 présente deux séries d'images par

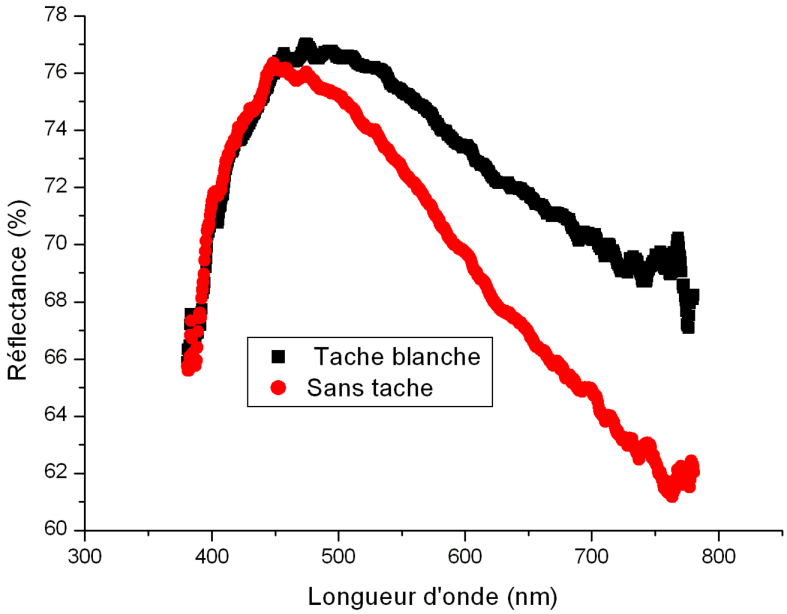


Figure 5.2 – Spectre de réflectance de la zircone sur zone choquée avec ou sans tache blanche

caméra multispectrale et relatives à deux échantillons. Sur la première ligne de clichés, un échantillon de géométrie pion et préalablement découpé en quatre quartiers, est observé à des longueurs d'ondes variant de 400 nm à 1000 nm. Dans chaque quart, un choc LASAT a été auparavant effectué. La seconde série d'image correspond à une plaque de barrière thermique qui a été cartographiée aux différentes longueurs d'ondes. De même, elle a subi de nombreux chocs LASAT sur l'ensemble de sa surface. Les contrastes de ces observations n'ont pas été modifiés entre l'acquisition et cette figure contrairement aux images obtenues par scanner numérique conventionnel qui sont présentées dans l'observation 5.1.

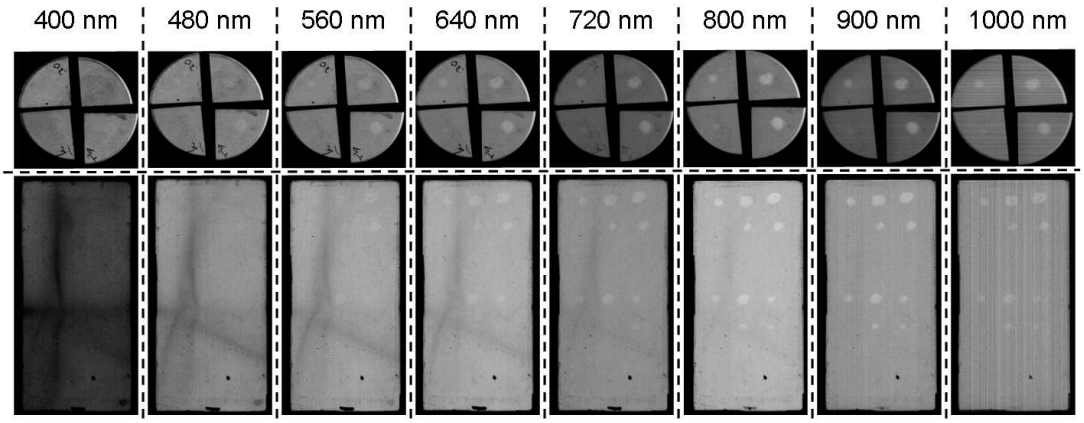


Figure 5.3 – Images numérisées d'échantillons avec taches blanches par caméra multispectrale

Pour les deux échantillons, aux faibles longueurs d'ondes (inférieures à 500 nm), aucune tache n'est détectée. Sur le pion des inscriptions ressortent et sur la plaque une trainée sombre verticale et une autre horizontale sont détectables. Ce dernier échantillon avait été soumis à des cycles thermiques à 1100°C, et cette coloration correspond à des pollutions qui se sont déposées sur la barrière thermique pendant ce traitement. Entre 500 et 700 nanomètres de longueur d'onde d'acquisition, des taches blanches apparaissent. Pour le pion, une tache est visible par quartier et pour la plaque, quelques taches se distinguent sur la partie haute. Les inscriptions ou résidus sombres restent visibles pour ces plages de λ.

Enfin, au dessus de 700 nm, les taches blanches sont clairement détectées sans ambigüité et peuvent même être dimensionnées. De plus, la majorité des inscriptions sur le pion et les résidus du traitement thermiques sont invisibles. À noter que la dernière observation à 1000 nanomètres est perturbée et présente des lignes résultant de l'acquisition.

L'emploi de la caméra multispectrale met bien en évidence la différence de comportement optique de ces taches blanches en comparaison du reste de la zircone. Les résultats obtenus par les spectres de réflectance (Fig. 5.2) sont ici confirmés par les taches blanches observables aux grandes longueurs d'ondes. Ainsi, pour celles inférieures à 500 nm, les spectres et les acquisitions par caméra multispectrale ne permettent pas de différencier une zone de barrière thermique indemne d'une zone avec une tache banche qui se trouve en vis-à-vis de certains chocs LASAT. Dans cette plage optique, la zircone renvoie la même information. Cette partie du signal (en deçà de 500 nm) s'apparente donc à du bruit car elle apporte de l'intensité (du rayonnement) mais sans intérêt pour la distinction de la tache blanche. À partir de 500 nanomètres et de plus en plus en s'approchant des 1000 nm en longueur d'onde, les taches ressortent plus distinctes. Ces images confirment ainsi les résultats des spectres de réflectance et mettent en évidence l'intérêt de la connaissance de l'origine spectrale de la tache blanche. En effet, sachant que la différence d'intensité des blancs est plus importante aux grandes longueurs d'ondes du visible, une méthode d'imagerie à sélection spectrale, comme la caméra multispectrale, est un outil à fort potentiel. Il est alors possible de photographier les échantillons, en réduisant le bruit optique dû aux basses longueurs d'ondes. Le contraste optique est amélioré dès l'étape d'acquisition contrairement aux scanners optiques conventionnels qui enregistrent l'ensemble du spectre dans le visible. L'observation des taches blanches peut être optimisée par la sélection du spectre lumineux acquis (caméra multispectrale) et ensuite également l'augmentation du contraste numérique (logiciel d'imagerie). De plus, la caméra multispectrale révèle un point inattendu sur les résidus en surface de la barrière thermique. En effet, les inscriptions aux marqueurs, les résidus déposés pendant les cycles thermiques et les traces de doigts deviennent invisibles aux grandes longueurs d'ondes. Cet outil offre un atout supplémentaire pour l'utilisation d'une méthode non destructive et automatisée pour détecter et mesurer les taches blanches en limitant les observations parasites (pollutions de surface).

5.1.2.2 Taches blanches diffuses : zircone sous-stœchiométrique en oxygène

Le changement de blancheur qui forme la tache blanche, correspond à une variation de la réflectance. La partie 3.3.1 a présenté d'autres différences de blancheur qui peuvent évoluer avec la stœchiométrie en oxygène de la zircone. Cette caractéristique optique est donc à considérer pour l'observation des taches blanches générées par LASAT. La suite de ce chapitre va traiter des différentes évolutions des propriétés optiques des barrières thermiques en fonction de la stœchiométrie en oxygène et des taches blanches induites par choc laser, dans le but de rendre la recherche et le contrôle des taches blanches fiables.

Des chocs laser ont été réalisés sur des revêtements bruts de fabrication. Le paragraphe 3.3.1 a présenté les différences de blancheur que peuvent avoir les zircones obtenues par EB-PVD. En effet, la barrière thermique se trouve, suivant les conditions dans l'enceinte de déposition, sous-stœchiométrique en ions oxygène. Une zircone équilibrée en oxygène sera plus blanche qu'une zircone sous-stœchiométrique. Afin d'homogénéiser les niveaux de blanc sur un même lot, un traitement thermique sous air de 2 heures à $700°C$, est suffisant pour rééquilibrer la teneur en oxygène de la zircone.

Dans la figure 5.4, trois échantillons distincts, de microstructure B, sont imagés par scanner optique et traités pour augmenter les contrastes en niveaux de gris. La première acquisition est faite après choc laser et la seconde à la suite d'un traitement thermique d'équilibrage en oxygène sur ces mêmes échantillons. Le traitement numérique des contrastes optiques explique les couleurs gris foncé de la zircone qui en réalité apparaît blanche à la lumière du jour.

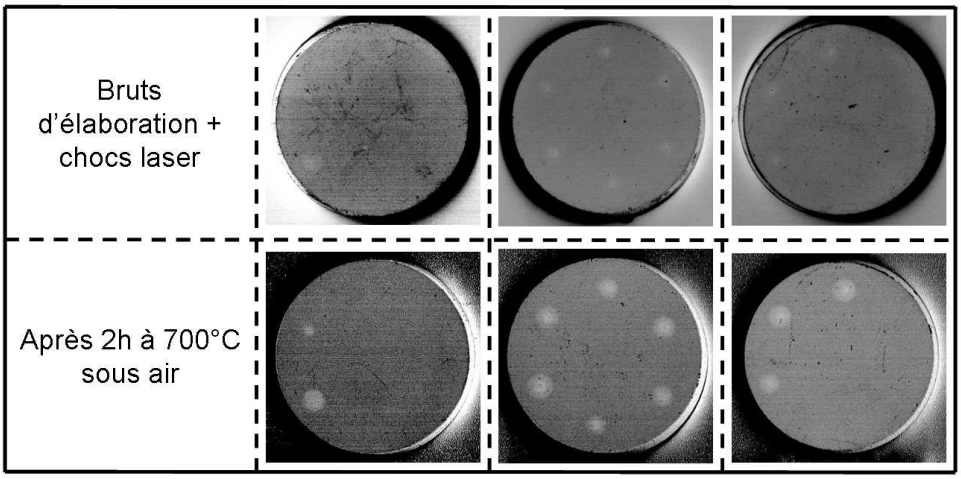


Figure 5.4 – Images optiques numérisées, à contraste renforcé, de taches blanches dans une zircone de microstructure de famille B, avant et après traitement thermique de blanchiment

Après les chocs laser, et avant le traitement thermique, la présence de taches blanches est détectable sur les trois pions. Pour le premier pion, une grande tache est visible à $8h$.

L'échantillon du centre présente six taches réparties en cercle. Le dernier témoin montre trois taches à 8, 10 et 12 h. Pour l'ensemble des taches détectées, elles apparaissent assez diffuses. Il est donc difficile d'en définir les contours bien que les contrastes soient déjà améliorés pour tenter de les mettre mieux en évidence.

Après traitement thermique à 700°C sous air durant 2 h, les taches précédemment observées apparaissent plus étendues et surtout avec des contours plus nets qu'il est maintenant possible de les délimiter. L'échantillon de gauche révèle une nouvelle tache très distincte et de petit diamètre qui n'était pas observée avant le traitement thermique. De plus, certains résidus sombres en surface des barrières thermiques et provenant des multiples manipulations des échantillons, sont carbonisés par le passage au four sous air.

Cette évolution de la réflectance des taches blanches nous apprend que la sous-stœchiométrie en oxygène de la zircone peut être un frein à l'observation et à l'analyse spatiale du changement de blancheur d'une zone choquée par LASAT. Tant que la zircone n'est pas équilibrée en oxygène les taches sont diffuses voire invisibles. Après l'équilibre de l'oxygène, les taches deviennent nettes et visibles même quand elles sont petites. Le traitement thermique sous air optimise le comportement optique de la zircone et la rend plus apte à révéler les taches générées par LASAT. Cela montre par ailleurs que ces taches blanches sont le fruit des propriétés optiques modifiées au sein du revêtement et non en surface par un effet de rugosité par exemple. Il parait alors important d'équilibrer la stœchiométrie en oxygène de la zircone avant une recherche de tache blanche, ceci rend les défauts générés par LASAT bien détectables et permet leur dimensionnement.

5.1.2.3 Fissurations sans taches blanches : zircone colonnaire en choux-fleurs

La partie 3.3.2 a mis en évidence le rôle de la microstructure des colonnes de zircone sur la blancheur du revêtement. Les taches blanches dans des dépôts équilibrés en oxygène doivent alors être confirmées pour l'ensemble des familles de zircone obtenues par EB-PVD.

La figure 5.5 présente trois échantillons qui appartiennent aux familles B à E et soumis à des tirs LASAT. Sur la première rangée, les pions qui ont été au préalable choqués par laser sont observés par scanner numérique conventionnel. Les contrastes ont été accentués afin de mettre en évidence d'éventuelles taches blanches induites par LASAT. Le pion de la famille B révèle trois taches blanches diffuses. Le pion de type C ne laisse voir aucune tache. Pour le type E, trois écaillages de tailles différentes sont observés (zones sombres circulaires). Dans ces régions, le revêtement a été éjecté par le choc laser. Aucune augmentation de la blancheur n'est visible aux abords des écailles, bien qu'il a été démontré que les fissures en cas d'écaillage sont plus étendues que la simple zone ou la zircone s'est envolée (paragraphe 4.3.2).

Après deux heures à 700°C sous air, les quatre familles se comportent différemment par rapport au ré-haussement du contraste des taches blanches. La famille B révèle nettement

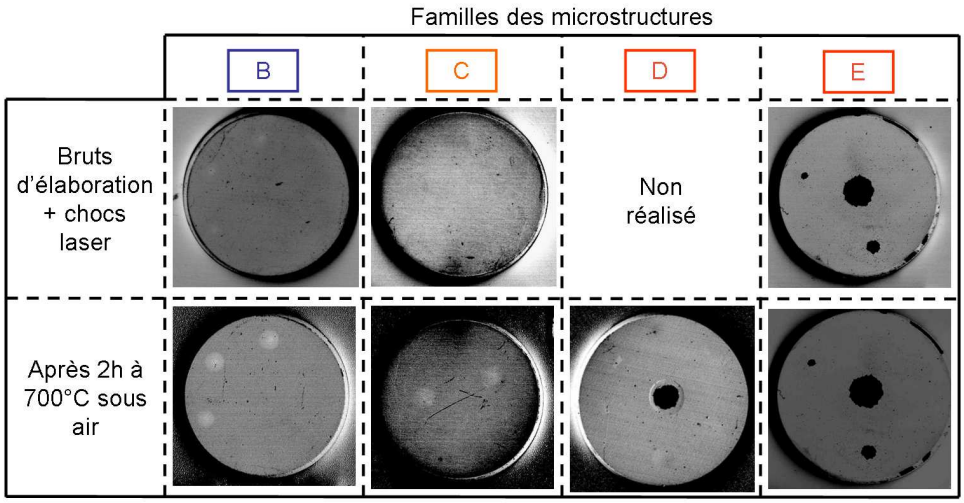


Figure 5.5 – Images optiques numériques à contraste renforcé de taches blanches avant et après traitement thermique de blanchiment : influence du type de microstructure

le contour des trois taches déjà détectées avant traitement. Pour l'échantillon de la famille C, deux taches deviennent visibles. Pour cet échantillon, les chocs n'ont pas été positionnés en cadran. L'échantillon de la famille D, présente une écaille au centre autour de laquelle, l'ombre révèle que la zircone se soulève. Vers 9, 11 et 1H, des zones blanches sont visibles. Localement, la surface de la zircone a été endommagée. Ces régions blanches ne sont pas le résultat de l'essai LASAT, elles étaient présentes avant le choc laser et correspondent à des zones où la surface de la zircone a été endommagée par un frottement. Une étude plus approfondie est réalisée dans la partie 5.3.3.3. Toujours sur ce pion de la famille D, à 6 h un bombé en relief est très sensiblement détecté via un effet d'ombre. Bien qu'aucune tache blanche ne soit visible au niveau des bombés, la déformation révèle la présence d'une fissure dans la barrières thermique. Dans le cadre de la famille E, il n'y a aucune nouvelle observation mise en évidence par le traitement thermique.

Les différentes évolutions dans la détection des défauts après le traitement thermique sous air démontrent à nouveau l'effet de la microstructure sur la visualisation de la tache blanche et plus généralement sur les propriétés optiques. Ainsi, malgré des stœchiométries toutes équilibrées par traitement, le revêtement révèle différemment la tache en fonction de sa microstructure. Il a été vérifié qu'avec une durée de traitement thermique longue de 24 h à 700°C, les contrastes et les dimensions des taches blanches n'évoluaient pas. Les familles D et E décrites en détail dans la partie 3.1 ne sont pas favorables à une détection optique des fissurations interfaciales générées par LASAT. L'arrangement en empilement de grains fins de ces familles originales de microstructures colonnaires, doit introduire de nombreuses interfaces optiques au niveau desquelles la lumière est diffusée et réfléchie. Ainsi, le rayonnement extérieur pénètre moins dans la zircone pour ces microstructures qui réfléchissent plus d'intensité lumineuse. Les familles usuelles, comme la B et dans

une moindre mesure la C, ont une organisation microstructurale plus favorable à la propagation du rayonnement au cœur des colonnes et plus sensible à la stœchiométrie en oxygène. En conséquence, l'utilisation de l'imagerie optique pour détecter et mesurer les fissures interfaciales à travers l'examen des taches blanches est limitée aux structures A à C. En effet, même après traitement thermique et donc équilibrage de la stœchiométrie en oxygène de la zircone, les microstructures de type D et E ne révèlent aucune tache. Industriellement, ce sont des dépôts de type A et B qui sont employés. La méthode LASAT peut donc s'appuyer fortement sur le phénomène optique de la tache blanche pour diagnostiquer l'état des interfaces après choc laser.

5.1.3 Relation entre tache blanche et fissure interfaciale

L'origine optique des taches blanches induites par LASAT a été identifiée par analyse spectrale de la réflectance. Deux méthodes ont été mises en place pour améliorer l'observation de ces variations locales de blancheur. Il s'agit du traitement thermique sous air et de la sélection spectrale. Cependant, le mécanisme responsable de l'augmentation de la réflectance n'a pas encore été identifié et vérifié.

Les deux paramètres jusque là identifiés comme majeurs pour la blancheur de la zircone (partie 3.3) sont la teneur en oxygène et la microstructure des colonnes du revêtement. Si la blancheur de la zircone varie après choc laser, les deux facteurs précédemment cités sont alors à étudier pour vérifier un éventuel impact de l'essai LASAT sur eux qui serait alors responsable des variations optiques.

Après traitement thermique, les taches restent identifiables et sont même plus visibles. Si le choc modifiait la teneur en oxygène, et donc localement la blancheur du dépôt, le traitement thermique supprimerait les taches. La tache blanche ne peut donc pas être imputée à une modification locale de la stœchiométrie en oxygène.

Le second facteur jouant sur la blancheur est la microstructure colonnaire. Après passage au four sous air ou aussi après choc laser, les microstructures classées par familles ne sont pas modifiées. Dans ce cas, les taches blanches ne peuvent pas non plus être imputées à des modifications microstructurales par l'onde de choc.

Donc, l'hypothèse initiale de la tache blanche des dépôts céramiques est réaffirmée sans ambigüité. La création d'une fissure entre le revêtement céramique et la sous-couche change drastiquement le comportement optique local du dépôt céramique, pour les épaisseurs considérées. Pour vérifier cette idée, un modèle optique est mis en place en collaboration avec F. Enguehard (Professeur au laboratoire EM2C de l'École Centrale de Paris). À partir de mesures optiques réalisées sur des barrières thermiques plasma [DEB07], il est possible d'effectuer un calcul de la réflectance (Fig. 5.6), dans deux cas avec ou sans décohésion entre la zircone et la sous-couche. Le modèle simplifié comprend une couche de zircone de 170 micromètres d'épaisseur et une couche de fer suffisamment épaisse pour

être considérée optiquement opaque. Dans un cas, la fissure est simulée par l'insertion d'une lame d'air d'un micromètre entre la céramique et le substrat. Le calcul est réalisé avec un éclairement incohérent. Les coefficients utilisés sont tirés des mesures de V. Debout [DEB07], à savoir :

- $\epsilon_\infty = 4{,}0096$
- $A_1 = 0{,}077$
- $\lambda_{0,1} = 14{,}314\ \mu m$
- $\gamma_1 = 0{,}16$
- $A_2 = 0{,}121$
- $\lambda_{0,2} = 17{,}691\ \mu m$
- $\gamma_2 = 0{,}092$
- $A_3 = 7{,}288$
- $\lambda_{0,3} = 24{,}733\ \mu m$
- $\gamma_3 = 0{,}003$

Et

$$\epsilon = \epsilon_\infty + \sum_{i=1}^{3} \frac{A_i \lambda^2}{\lambda^2 - \lambda_{0,i}^2 + j\gamma_i \lambda_{0,i} \lambda} \tag{5.1}$$

Les indices optiques n et k, sont déterminés de telle sorte que $(n - jk)^2$ soit égal à ϵ de la relation 5.1 pour toute valeur de λ.

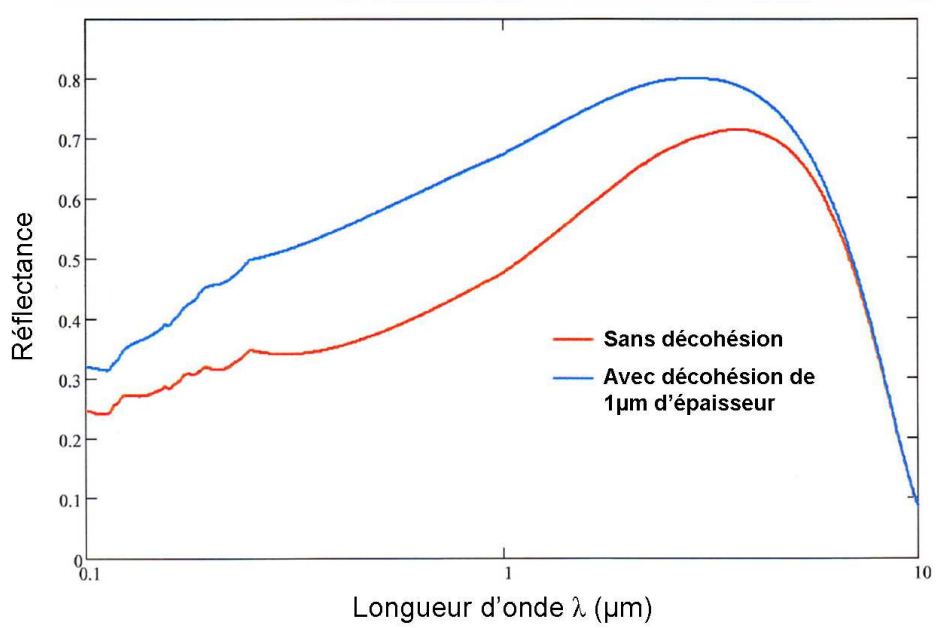


Figure 5.6 – Modélisation de la réflectance d'une couche de zircone d'épaisseur 170 μm sur un substrat en fer, avec et sans la présence d'une lame d'air interfaciale d'épaisseur 1 μm

Ainsi, la simple présence d'un vide d'un micromètre est suffisante pour augmenter la

réflectance de la zircone (Fig. 5.6) et permettrait d'expliquer le phénomène de la tache blanche. Par ailleurs, si l'épaisseur de la zircone est trop épaisse ou si la microstructure réfléchit trop la lumière incidente, alors le rayonnement lumineux peut ne pas atteindre l'interface céramique/sous-couche et donc être insensible à la présence d'une fissure. Les figures 5.7 et 5.8 schématisent les différents cas rencontrés et supposés dans cette étude et qui permettent ou non l'observation des taches blanches en présence d'une fissure interfaciale.

Le schéma 5.7 explique le phénomène de la tache blanche pour une zircone EB-PVD sous stœchiométrique avec des microstructures colonnaires qui révèlent des taches blanches même sans traitement thermique de blanchiment, en comparaison des familles D et E, qui ne révèlent jamais de taches blanches.

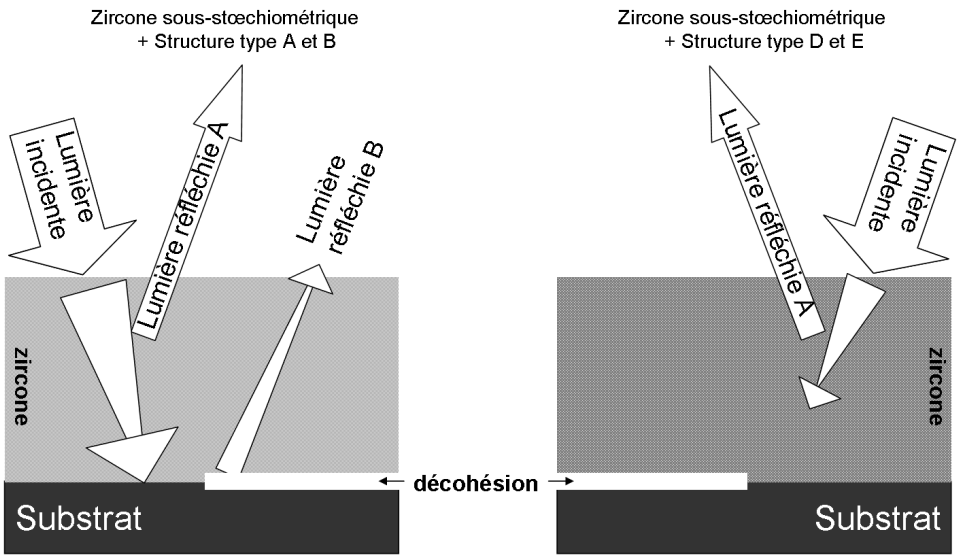


Figure 5.7 – Phénomène de la tache blanche : Influence de la microstructure pour des cas de zircones sous-stœchiométriques en oxygène

La lumière incidente traverse en premier l'interface optique air/zircone et bien que l'état de surface (sommet des colonnes) change entre les familles de microstructures, le rayonnement transmis dans la céramique peut être considéré comme équivalent dans les deux cas. Ensuite, le rayonnement lumineux se propage dans l'épaisseur de la zircone et traverse la même matière mais arrangée différemment. La lumière est plus atténuée dans les microstructures D et E et n'atteint pas l'interface avec la sous-couche. Si de surcroît, la zircone est sous-stœchiométrie, elle absorbe encore plus la lumière et l'interface sera d'autant moins accessible aux rayons. Dans des cas extrêmes de sous-stœchiométrie, elle peut apparaître grise foncée et non blanche [DEB07]. Quand les colonnes sont structurées comme les familles industrielles usuelles A et B, la sous-stœchiométrie atténue bien la lumière, mais une partie de la lumière pénètre toute la céramique et arrive à l'interface

avec la sous-couche. S'il ne rencontre aucune fissure, le rayonnement est absorbé par la couche métallique. Si elle arrive sur une décohésion générée par LASAT, l'interface optique zircone/air, va réfléchir une fraction suffisante de lumière qui revient alors vers la surface de la zircone pour ensuite être réémise vers l'œil de l'observateur. Ainsi une surintensité lumineuse existe dans une zone fissurée par rapport à une zone sans fissure. Ceci explique le phénomène de la tache blanche.

Quand le comportement optique de la zircone est stabilisé, en équilibrant sa stœchiométrie (Fig. 5.8), l'intensité lumineuse qui atteint l'interface est maximisée et donc le signal qui est réfléchi par la fissure ou absorbé par la sous-couche est important. Ceci augmente le contraste en réflectance entre une zone décollée et une zone adhérente et explique l'amélioration dans la visualisation des taches blanches avant et après traitement thermique sous air. Pour les microstructures D et E, même une zircone équilibrée en oxygène ne permet de laisser suffisamment de lumière atteindre l'interface. Dans ce cas, la structure des colonnes est l'élément qui parasite la propagation de la lumière. Donc, le passage d'une microstructure D ou E sous-stœchiométrique en une zircone équilibrée en oxygène augmente la blancheur de l'ensemble du revêtement car le signal qui sera réfléchi par le dépôt en lui même sera plus important, et celui absorbé par la zircone, moins intense.

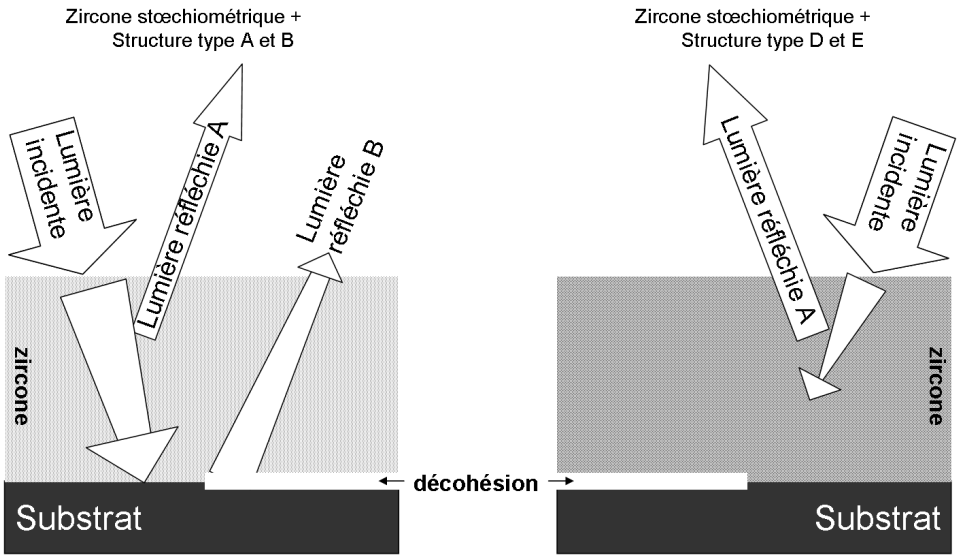


Figure 5.8 – Phénomène de la tache blanche : Influence de la microstructure pour des cas de zircones stœchiométriques en oxygène

Les études optiques et les schémas précédents permettent de comprendre le rôle et les interactions de la microstructure et de la stœchiométrie en oxygène de la zircone sur la visualisation de la tache blanche. Afin d'utiliser ce phénomène de la tache blanche, qui révèle la présence d'une décohésion par LASAT, le traitement thermique sous air permet d'optimiser les propriétés optiques via la teneur en oxygène de la zircone. Pour

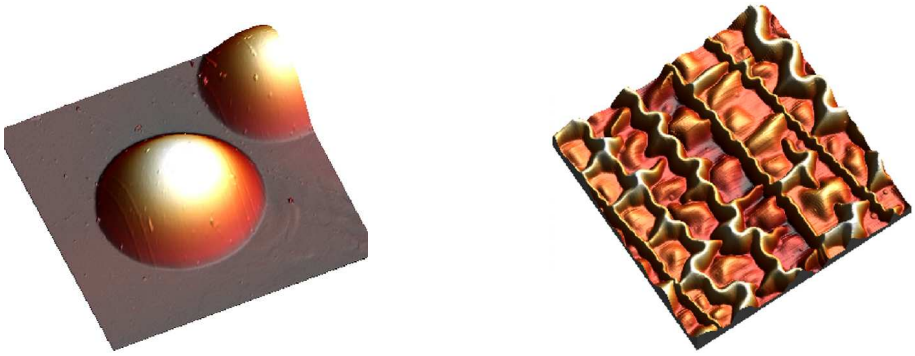
la microstructure des colonnes, l'idéal est de se placer dans des familles A et B. Il s'agit justement des microstructures utilisées industriellement. Cependant, une autre méthode doit être utilisée pour les familles D et E. Pour la méthode de la tache blanche, le cas optimal sera constitué d'une structure colonnaire de la famille A après un traitement thermique sous air afin de s'assurer de l'équilibre en oxygène de la céramique. Dans ces conditions, il devient alors aisé de dimensionner les taches.

5.2 Relaxation des contraintes résiduelles par cloquage de la zircone

Les revêtements barrières thermiques sont le siège de contraintes résiduelles dans les couches céramiques. Elles proviennent des différences de dilatation thermique entre la zircone et les couches métalliques, de la croissance de la couche d'alumine et aussi de l'évolution de la zircone (frittage et endommagement) avec le cyclage thermique.

5.2.1 Phénomène de cloquage par LASAT

Dans le cas de films minces, soumis à des contraintes résiduelles de compression, une rupture de l'interface peut engendrer la formation de délaminations en forme de cordons de téléphone ou de cloques (Fig 5.9) [CGB+04]. Ce phénomène est le fruit des contraintes internes qui se relaxent par la déformation du revêtement.



(a) Cloque sur un dépôt d'or (630 nm) sur substrat en silicone

(b) Cordes dans un film mince de nitrure de bore

Figure 5.9 – Délaminations avec cloquage observées par AFM sur des films minces [CGB+04]

Après choc LASAT, les décohésions interfaciales produites peuvent conduire à la formation de déformations similaires. La figure 5.10 montre en vue de dessus l'exemple d'une plaque revêtue de barrière thermique après des chocs laser.

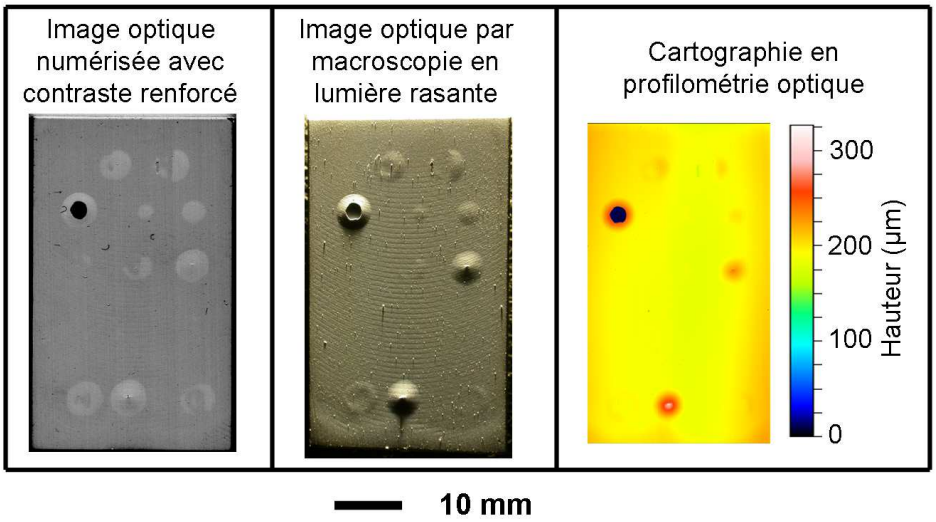


Figure 5.10 – Observation du cloquage sur un échantillon de barrière thermique EB-PVD après LASAT

Les diamètres des chocs appliqués sur cette plaque varient de 5 à 8 mm. L'image optique numérisée avec le contraste renforcé met en évidence des taches blanches et une zone circulaire écaillée. Les taches blanches ne sont pas toutes circulaires. Elles peuvent être semi-circulaires, toriques ou en croissant de lune. La lumière rasante et la profilométrie optiques mettent en évidence la déformation de la surface de la zircone. À chaque tache blanche enregistrée par imagerie au scanner numérique, correspond bien une zone de cloquage. Ces cloques sont donc bien le résultat du choc laser et de la délamination interfaciale qu'il provoque. Pour les taches qui apparaissent discontinues, la déformation enregistrée montre la même géométrie en particulier en lumière rasante. Le cartographie par profilométrie de la figure 5.10 ne révèle que les fortes déformations car l'échelle est trop étendue pour mettre en évidence les cloques de faible hauteur. Une comparaison plus fine de la géométrie des taches blanches avec le profil spatial est réalisée (Fig 5.11). Trois géométries de défauts sont choisies : circulaire ; circulaire avec écaillage au centre ; et torique. Cette dernière forme n'est obtenue que pour les diamètres de choc supérieurs à 5 mm.

Les taches blanches présentent, dans la majorité des cas, une forme bien circulaire et bien blanche à l'intérieur. La profilométrie montre que la déformation de la zircone suit cette géométrie. Quand la tache présente une écaille au centre, la déformation de la zircone est très prononcée sur le pourtour de l'écaille. Dans ce cas la zircone est libérée de sa liaison avec le substrat et aussi avec elle-même. Ainsi, sa liberté de déformation est encore plus importante que dans le cas d'une tache blanche sans écaillage. Sur des formes toriques, ou aussi semi-circulaires, la déformation de la zircone respecte la géométrie de la tache blanche. Ainsi, sur la figure 5.11 à droite, le centre de la tache est sombre comme

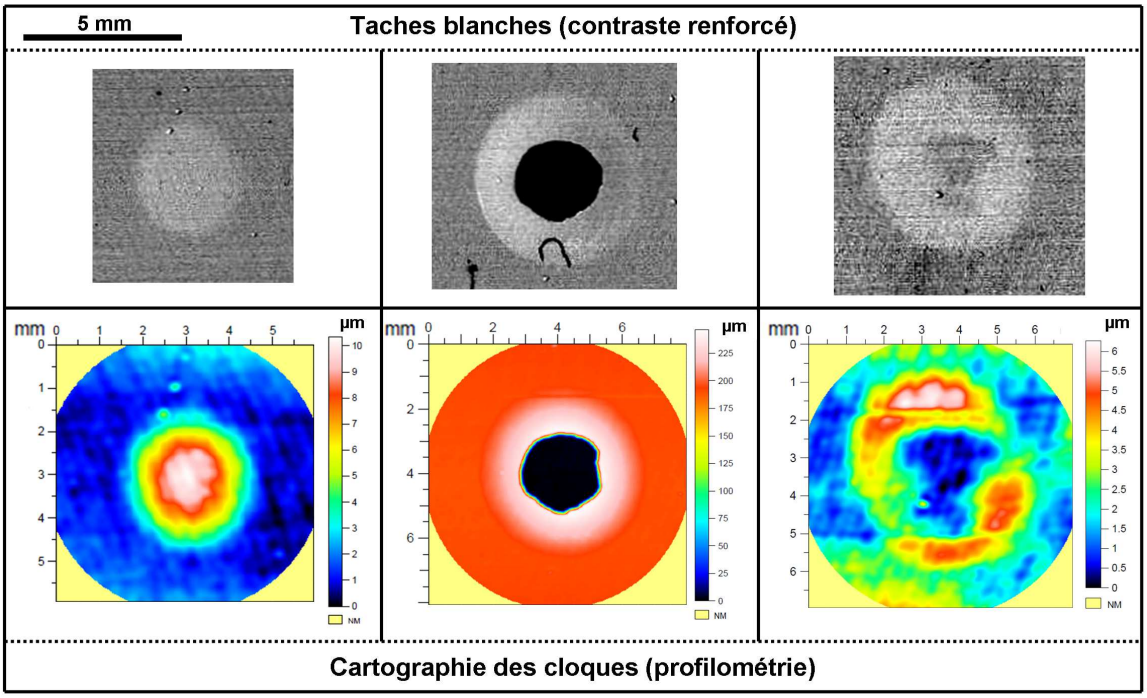


Figure 5.11 – Comparaison des géométries des taches blanches avec les déformations de la surface de la zircone

une zone non endommagée par LASAT. La profilométrie révèle la même géométrie avec la zircone qui n'est pas soulevée au centre. Il y a une directe corrélation entre la forme des taches blanches et la géométrie des déformations de la zircone.

5.2.2 Relation entre hauteur du cloquage et diamètre de la décohésion

Le cas du cloquage suite à l'endommagement en cyclage des barrières thermiques a déjà été évoqué de manière mathématique dans quelques travaux de Choi, Evans , Wright et Al. qui ont ainsi évoqué le cas de bombé et aussi celui des délaminations sur les bords d'une éprouvette quand la zircone est totalement libre à une de ses extrémités [EMH+01] [CHE99] [WE99]. Ils ont mis en évidence mathématiquement le rôle de l'épaisseur de la zircone et aussi de son anisotropie élastique, sur la formation et la nocivité de ces phénomènes de délamination.

Une étude sur la hauteur des bombés suite à des chocs laser femtosecondes a été menée sur des couches d'oxydes après cyclage thermique sous air de substrat en Si [MTY11]. L'épaisseur de SiO_2 était cependant beaucoup plus petite (300 à 1200 nm) que la zircone des barrières thermiques. De plus, l'interaction laser-matière se passe directement à l'interface entre le film et le substrat. Ce n'est donc pas l'onde de choc qui génère la rupture de l'interface, mais directement la formation du plasma. Le dimensionnement par AFM a

permis le lien entre le rayon et la hauteur de la cloque selon une allure logarithmique.

Ikeda et Al. ont aussi observé la hauteur des cloques après LASAT, sur une configuration en face arrière comme dans cette thèse. Il s'agit de dépôts en diamant déposés par CVD sur des épaisseurs allant de 26 à 62 μm [IUC+06]. Le calcul de la contrainte résiduelle est réalisé en effectuant l'équilibre des forces entre la pression de l'air extérieure à la cloque (l'intérieur étant considéré à la pression du vide) et le revêtement cloqué maintenu à l'extrémité du diamètre de la cloque par la contrainte résiduelle. Le lien entre la hauteur et le diamètre de la cloque n'est pas réalisé.

Pour les barrières thermiques, la profilométrie optique permet de mesurer la hauteur des cloques par rapport à une région saine. La figure 5.12 montre la hauteur des bombés générés par LASAT en fonction du diamètre de la tache blanche, pour une plaque revêtue de zircone de microstructure C et vieillie 100 cycles thermiques d'une heure à 1100°C. Le graphe ne présente que les cas ou la zircone est restée complète, c'est-à-dire sans écaillage ou fissuration importante visible en surface. La hauteur des bombés augmente avec le diamètre de la décohésion. La croissance est de forme exponentielle sur la courbe tracée. Le diamètre du choc (2, 3 ou 4 mm), à l'origine des fissures interfaciales, n'affecte pas la hauteur du cloquage car tous les points sont disposés sur la même courbe.

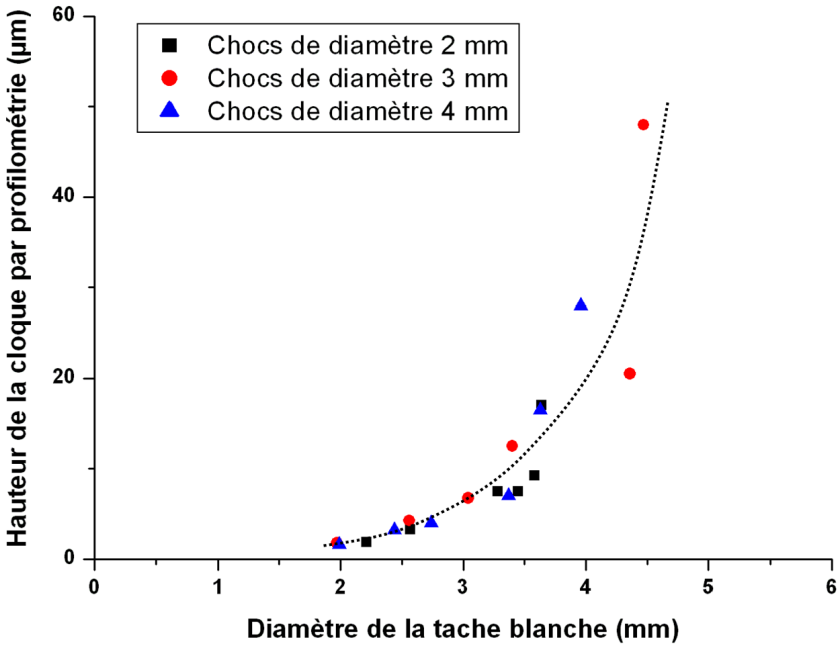


Figure 5.12 – Relation entre la hauteur et le diamètre des cloques sur une plaque revêtue de barrière thermique EB-PVD avec une microstructure de type C et vieillie 100 cycles

La configuration géométrique du choc laser (le diamètre du spot) n'est pas un paramètre influant sur la hauteur des cloques. Sachant que le laser de choc affecte aussi la fluence laser, il en est de même pour la pression de choc incidente. En d'autre terme, si deux chocs de diamètres différents donnent des fissures interfaciales identiques, les hau-

teurs des cloques seront identiques. De même, si deux chocs de fluences laser différentes produisent des décohésions interfaciales de même diamètre, la hauteur du bombé est la même. Ce point est important car il démontre que la hauteur des cloques est indépendante des conditions de choc et donc que la déformation observée n'est pas le résultat d'un emboutissage de la zircone par les ondes de choc.

Des revêtements de zircone EB-PVD de microstructures différentes et avec plusieurs niveaux de vieillissement par cyclage thermique ont été choquées. La morphologie des colonnes de zircone ainsi que le traitement thermique à 1100°C sont deux points supposés jouer sur les propriétés mécanique du revêtement. Il a alors été réalisé des mesures de hauteur de cloques sur plusieurs cas de revêtements (Fig. 5.13). Les courbes diffèrent en fonction des échantillons. La plaque n° 4 présente la croissance exponentielle la plus raide. C'est échantillon de microstructure de famille A et vieillie 100 cycles thermiques fournit des bombés élevés pour de faibles diamètres de taches blanches. L'échantillon n° 1 a eu le même vieillissement mais est composé d'une zircone colonnaire de type C. La croissance exponentielle de la courbe est plus modérée pour ce cas. Deux autres plaques avec des microstructures de la famille C, mais brutes d'élaboration sont données sur les courbes n° 2 et n° 3. Ces deux échantillons ont été élaborés simultanément et possèdent donc les mêmes épaisseurs aussi. Pour autant, les courbes sont très différentes, l'une est plus raide alors que l'autre est moins raide que l'échantillon de même microstructure (C) mais vieilli thermiquement.

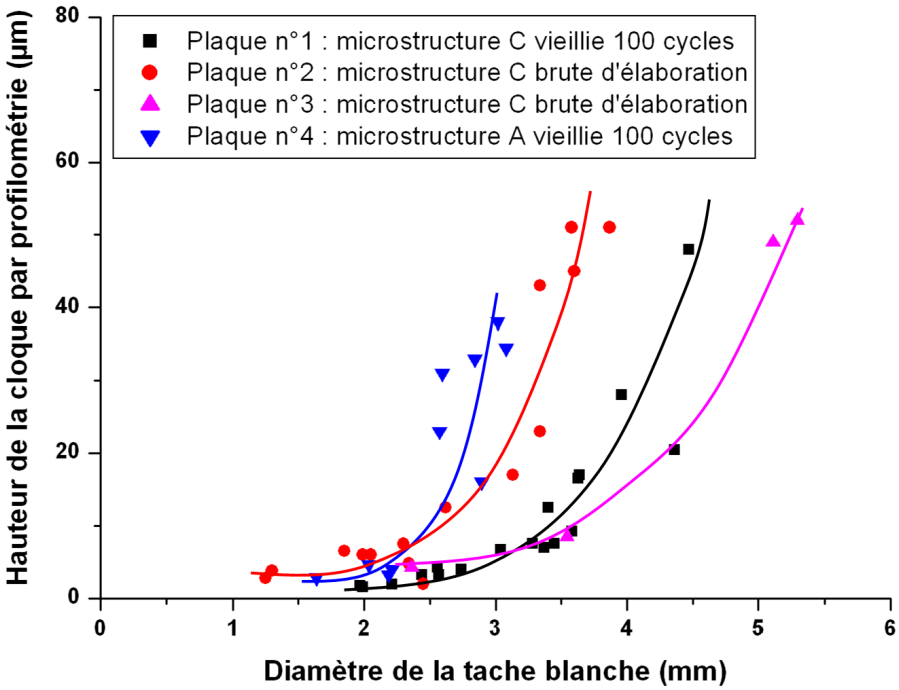


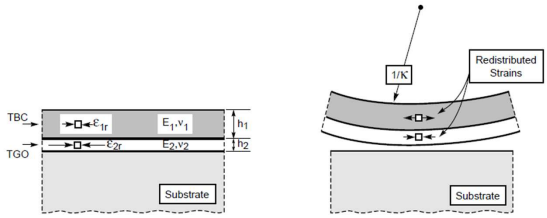
Figure 5.13 – Relation entre la hauteur et le diamètre des cloques sur quatre plaques revêtues de barrière thermique EB-PVD pour différents vieillissements et microstructures de zircone

Le comportement élastique et la contrainte sont deux points qui peuvent modifier la hauteur d'une cloque. Par exemple, en augmentant la raideur du revêtement, la déformation du dépôt est limité et donc la hauteur de la cloque est réduite pour un même niveau de contrainte interne. Le vieillissement thermique d'une zircone colonnaire obtenue par EB-PVD génère un frittage et donc augmente la raideur du dépôt. D'après les relevés de la figure 5.13, c'est une zircone non vieillie (plaque n° 3) qui présente la plus faible hauteur de cloque pour un diamètre de décohésion figé. Cette observation va donc à l'encontre de la première hypothèse basée sur l'effet du frittage.

En contrepartie, le cyclage thermique augmente les contraintes au niveau de la couche d'alumine. Pour un même dépôt, l'augmentation des contrainte va engendrer des cloques plus élevées. Ici aussi, la figure 5.13 présente un contre exemple entre les plaques n° 1 et n° 2. Ces deux échantillons ont été élaborés en même temps. La plaque n° 1 a été vieillie par cyclage thermique avant les chocs laser. Cependant, les cloques augmentent moins avec la surface de la tache blanche pour cet échantillon que pour celui brut d'élaboration n° 2. À l'inverse, le raisonnement est cohérent en comparant les plaques n° 1 et n° 3.

À partir de ces éléments, il est impossible de définir un facteur majeur sur l'allure des courbes. Il est aussi probable que l'orientation cristallographique du substrat en AM1 est une influence sur les cloques car ces plaques monocristallines possèdent un comportement mécanique très anisotrope qui altère le niveau des déformations et donc les contraintes appliquées aux couches de la barrière thermique. Pour les quatre échantillons présentés sur le graphique, les orientations cristallines n'ont pas été déterminées. D'ailleurs, l'effet de l'orientation du monocristal du superalliage est un sujet qui a son importance sur l'endommagement d'une barrière thermique comme l'a montré V. Maurel [MDBR11] sur des éprouvettes revêtues et soumises à des essais de compression.

Par ailleurs, la croissance de la hauteur des cloques en fonction du diamètre des taches blanches est exponentielle. Dans la bibliographie [MTY11], cette évolution est décrite comme logarithmique. Les caractéristiques microstructurales de la zircone ainsi que les contraintes internes peuvent expliquer cette différence. En effet, les revêtements sur lesquels les modèles du cloquage sont élaborés sont considérés comme fins et surtout homogènes dans leur épaisseur. L'épaisseur de la zircone est beaucoup plus importante, d'un facteur 100, et surtout sa microstructure est très hétérogène de sa base vers son sommet, en plus d'être anisotrope. Cette variation au sein du revêtement est responsable probablement d'un gradient de contraintes résiduelles et aussi des propriétés mécaniques dans l'épaisseur de la zircone (Fig. 5.14(a)). Pour mettre en évidence ce trait, un échantillon de barrière thermique, de l'ordre d'un centimètre carré, a été mis dans un bain pour dissoudre les couches métalliques. Le dépôt autoportant obtenu est composé de la zircone et de la couche d'alumine. Il est relaxé de toutes les contraintes de compression générées par le maintien des couches métalliques (Fig. 5.14(b)). Sa déformation confirme la présence d'un gradient de contrainte dans les couches céramiques.



(a) Contraintes de compression au sein d'une barrière thermique [ME00]

(b) Vue de dessus d'un échantillon de zircone EB-PVD désolidarisé de son substrat

Figure 5.14 – Gradient de contrainte dans une zircone EB-PVD de revêtement barrière thermique

5.3 Détection et dimensionnement des fissures par piézospectroscopie

La détection des décohésions sans écaillage dans une barrière thermique est un sujet d'intérêt majeur pour l'étude de l'endommagement de ces systèmes. Cela dépasse même le cadre de l'essai LASAT. En effet, il est toujours difficile d'analyser l'endommagement des interfaces sans réaliser de coupes métallographiques. Or cette méthode est destructive et ne permet pas de visualiser l'évolution d'un défaut dans le temps en fonction du vieillissement du revêtement par exemple.

Quatre échantillons de l'étude ont été analysés par la méthode piézospectroscopique à l'ONERA (F. Lepoutre, DMSC).

5.3.1 Échantillons de l'étude

L'objectif premier de cette partie est de localiser et dimensionner les décohésions générées par le choc LASAT. Trois cas de familles de microstructures (B, C et D), ont été analysées afin de comparer les tailles des défauts mesurés par piézospectroscopie et par le phénomène optique de la tache blanche pour les microstructures B et C, et aussi afin de mettre en évidence d'éventuelles décohésions présentes dans un revêtement de type D. Pour les deux géométries d'échantillons (plaques et pions), et pour deux vieillissements différents (bruts d'élaboration et 100 cycles thermiques), des chocs laser ont été répartis sur l'ensemble de la barrière thermique avec des niveaux d'énergies de choc très larges.

L'ensemble de ces cas sont regroupés sur les quatre échantillons visualisés optique-

ment dans la figure 5.15, avec des contrastes renforcés pour mettre en évidence les taches blanches.

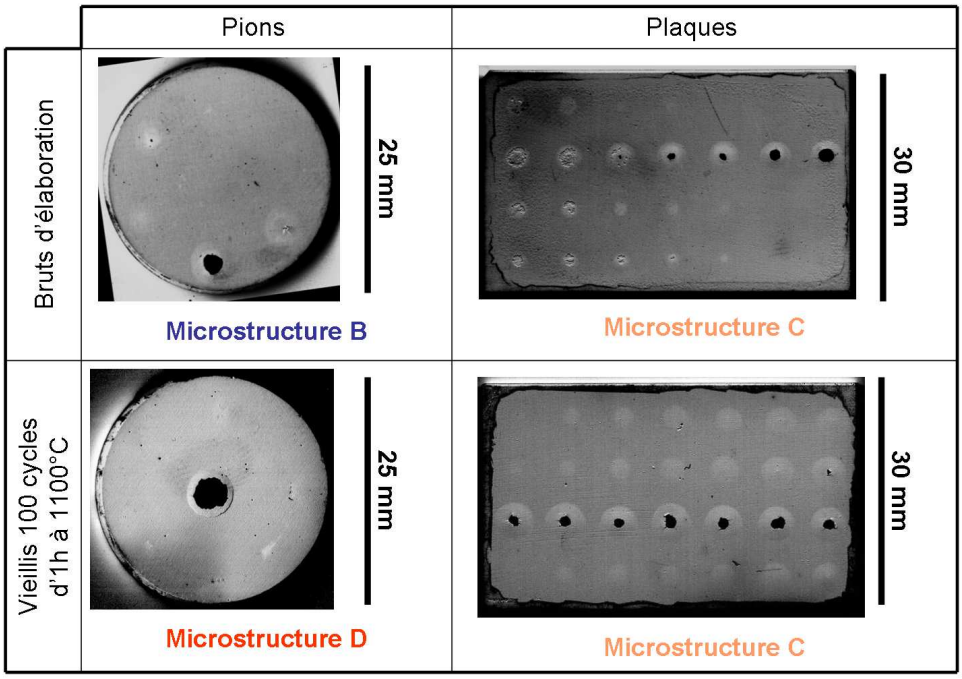


Figure 5.15 – Images optiques numériques à contraste accentué, des quatre échantillons soumis à la piézospectroscopie

Le premier pion est constitué d'une microstructure de type B, et n'ayant subi aucun traitement thermique. Une large décohésion avec un écaillage de la barrière thermique est visible en bas de l'échantillon. À 4, 8 et 10 h, des taches sont observables. Tous ces défauts résultent de chocs laser à différentes énergies.

Le deuxième pion, est constitué d'une microstructure de zircone de type D. Ce pion ne laisse voir aucune tache blanche même après traitement thermique sous air. Une grosse écaille est visible en son centre. Il a été cyclé thermiquement durant 100 cycles d'une heure à 1100°C avant d'être choqué par LASAT.

La plaque du haut a une structure type C et n'a subi aucun traitement thermique, ni à 700°C, ni à 1100°C. Quatre rangées, de 7 chocs chacune, sont observables. La deuxième ligne correspond aux chocs les plus intenses et présente les taches les plus étendues et même des écaillages de la zircone. Les taches blanches ne sont pas nettes surtout celles de petites tailles qui sont très diffuses. Certains chocs, comme les trois de gauche sur la rangée du bas, présentent un écaillage à une hauteur donnée dans le dépôt. Ce phénomène se produit dans certaines conditions de choc pour des revêtements ayant eu une interruption du faisceau d'électron durant l'étape d'EB-PVD (Paragraphe 3.2). Dans ces régions, la partie supérieure au défaut de croissance n'est plus présente. Cependant, contrairement aux zones écaillées, la base du dépôt est toujours en place avec le reste de la couche de zircone.

La deuxième plaque est constituée de la même microstructure type C mais a subi 100 cycles thermiques d'une heure à 1100°C avant les chocs laser. La troisième rangée présente des écaillages qui se sont produits pour les chocs laser les plus intenses. Ensuite, presque chaque tir laser est localisé par une tache blanche. Le doute est présent pour la première colonne, avec les plus faibles énergies laser, où il est difficile de dire si des taches sont présentes ou non. De manière générale, l'intensité des chocs appliqués est croissante de la gauche vers la droite.

5.3.2 Croissance et décroissance de la fluorescence en piézospectroscopie

Avant d'explorer les cartographies piézospectroscopiques qui ressortent de cette méthode, il est nécessaire de connaitre mieux les différentes allures des signaux de fluorescence qui peuvent être obtenues en fonction des zones endommagées ou non par LASAT et en fonction des caractéristiques de la barrière thermique (microstructure, vieillissement).

5.3.2.1 Cas d'un échantillon brut d'élaboration et choqué par LASAT

Les relevés temporels de l'intensité de la fluorescence en plusieurs points sont donnés sur la figure 5.16. Quatre types de zones sont définis sur un échantillon pion brut d'élaboration. Ces points de mesure ont été repérés sur l'image numérisée adjacente. Les étoiles noires correspondent à des défauts locaux, qui seront mis en évidence dans la partie 5.3.3. Le point rouge numéroté 2 est une zone sans zircone et écaillée par LASAT. Les points bleus (4, 5 et 6) correspondent aux mesures sur des taches blanches apparues après choc laser. Enfin, en orange correspondent des relevés sur des zones choquées mais pour lesquelles aucune tache n'a été observée.

Les courbes orange constituent la référence car elles correspondent aux zones où la barrière thermique est indemne même après choc laser. Sur ces mesures, se retrouvent les quatre périodes décrites dans le paragraphe 2.4.2.3 : le saut d'intensité au démarrage de la source laser ; la croissance de la fluorescence des ions chrome inclus dans la l'alumine ; la chute suite à l'extinction du faisceau ; et la décroissance de la fluorescence. L'intensité maximale varie fortement entre les deux mesures sur des zones indemnes (points 8 et 14). De plus, l'intensité du signal est très majoritairement due au saut. La croissance provenant des ions de chrome est faible. Cependant, bien que la hauteur du saut diffère entre les deux points, l'intensité résultante juste de la fluorescence dans l'alumine est identique sur les deux mesures. Cela se remarque après la chute à 5 ms induite par la coupure du laser. Sur ce dernier temps de la mesure, les deux courbes orange sont parfaitement superposées bien qu'elles possédaient un fort décalage avant la chute.

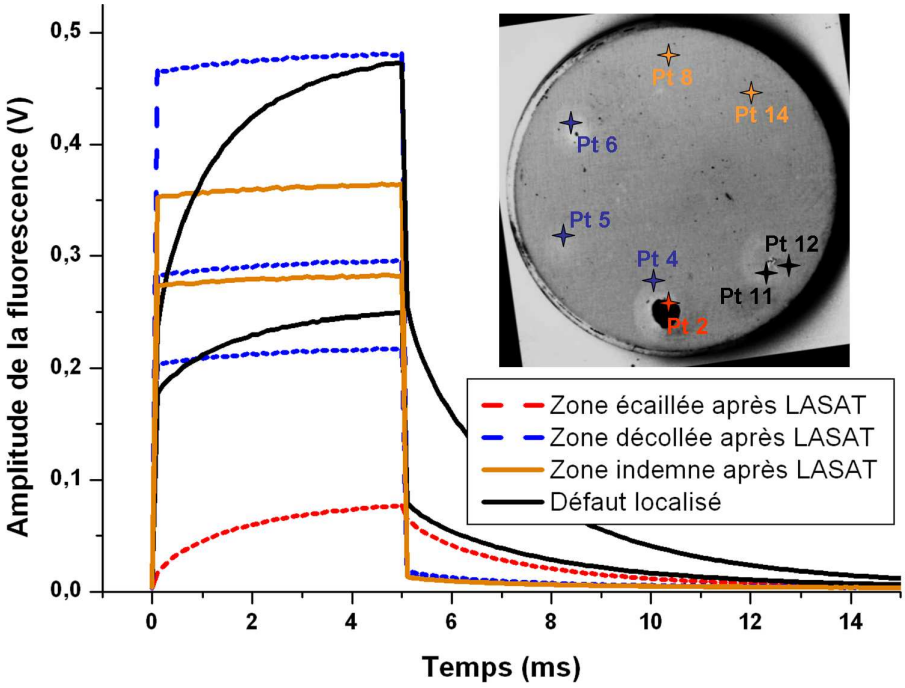


Figure 5.16 – Profil temporel en amplitude du signal de fluorescence sur différentes régions caractéristiques : échantillon brut d'élaboration et de microstructure type B

Les courbes bleues des points n° 4, 5 et 6 correspondent à des régions présentant des taches blanches. Les relevés temporels d'intensité ont la même allure que les courbes précédentes sur zones indemnes. L'intensité parasite, se traduisant par les sauts et chutes, peut aussi varier fortement entre les pointés. Cependant, le signal atteint encore la même amplitude entre les courbes bleues après la chute formée à l'arrêt de la source laser. Pour cette dernière période du relevé, l'amplitude du signal est légèrement plus élevée pour les zones avec taches (courbes bleues), que les zones indemnes (courbes orange).

La courbe rouge, pour la zone écaillée, donne des proportions très différentes. Le saut et la chute de fluorescence sont quasiment inexistants. Cette différences est en accord avec l'hypothèse de base que ces sauts sont imputables à la zircone. D'un autre côté, la croissance de la fluorescence durant l'impulsion laser est élevée comparée à ce même phénomène sur les courbes orange et bleues. La dernière partie est aussi nettement supérieure en amplitude par rapport aux régions décollées qui présentent toujours de la zircone (points n° 4, 5 et 6), ou pour les zones indemnes (n° 8 et 14).

Enfin, les relevés noirs sont très variables. Ils sont aussi composés d'un saut et d'une chute élevés, comme les courbes orange et bleues, mais comportent en même temps des croissances de fluorescence non négligeables, comme une zone écaillée, ou même plus intenses encore.

Les sauts et chutes d'intensité sont le résultat d'une fluorescence instantanée dans la zircone. L'absence de ces fortes variations pour le cas avec une écaille démontre le rôle de la présence de la zircone. Sans celle-ci, ce signal parasite disparait quasiment.

Le faible saut restant peut être associé au peu de zircone qui est toujours présente sur l'alumine (Fig. 4.7) quand l'écaillage est induit par choc laser. Il est aussi possible que ce saut résiduel provienne de certains éléments de la couche d'alumine qui fluorescent quasi immédiatement.

Dans la zone écaillée, l'intensité de la fluorescence provenant du chrome est plus importante. Cependant la couche d'alumine ne peut pas expliquer cette augmentation car c'est un même échantillon, et donc son épaisseur est équivalente sur l'ensemble de la surface. La couche de zircone est à l'origine de cette amplitude plus importante. Les 180 micromètres de céramique atténuent et réduisent le signal du laser d'excitation incident mais aussi de la fluorescence émise par le chrome. Ainsi, si la zircone n'est pas présente, l'illumination par la source laser et le signal émis sont directs et sans pertes. Entre les courbes bleues et les courbes rouges, les deux alumines sont endommagées de la même manière par LASAT, comme décrit dans la partie 4.3, sauf que dans un cas la zircone a été éjectée par l'onde de choc.

Les courbes bleues et les courbes orange se différencient après la chute de fluorescence. Dans cette dernière période, l'amplitude est plus importante quand la barrière thermique est endommagée. Ceci est une observation connue de la piézospectroscopie. Une même alumine génère un signal plus intense quand elle sera endommagée et donc libérée de ses contraintes.

Les différences des courbes noires ne peuvent pas être expliquées en l'état. Des éléments supplémentaires seront apportés par la suite et permettront de donner quelques hypothèses.

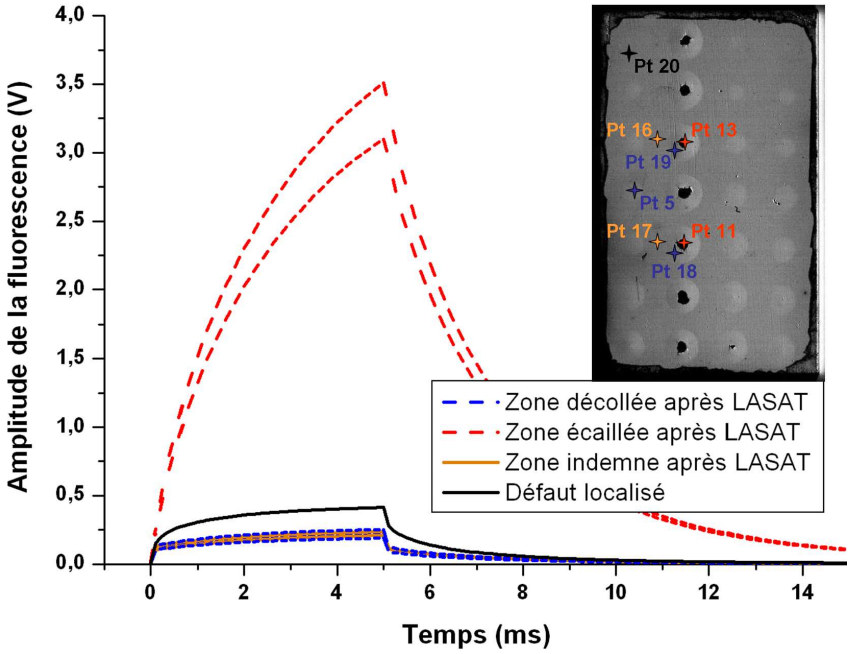
5.3.2.2 Cas d'un échantillon vieilli 100 cycles thermiques et choqué par LASAT

Des relevés identiques à la partie précédente, mais cette fois sur une plaque revêtue d'une zircone de microstructure C et cyclée durant 100 cycles à 1100°C sous air, et ensuite choquée par LASAT, donnent des signaux beaucoup plus intenses (Fig. 5.17).

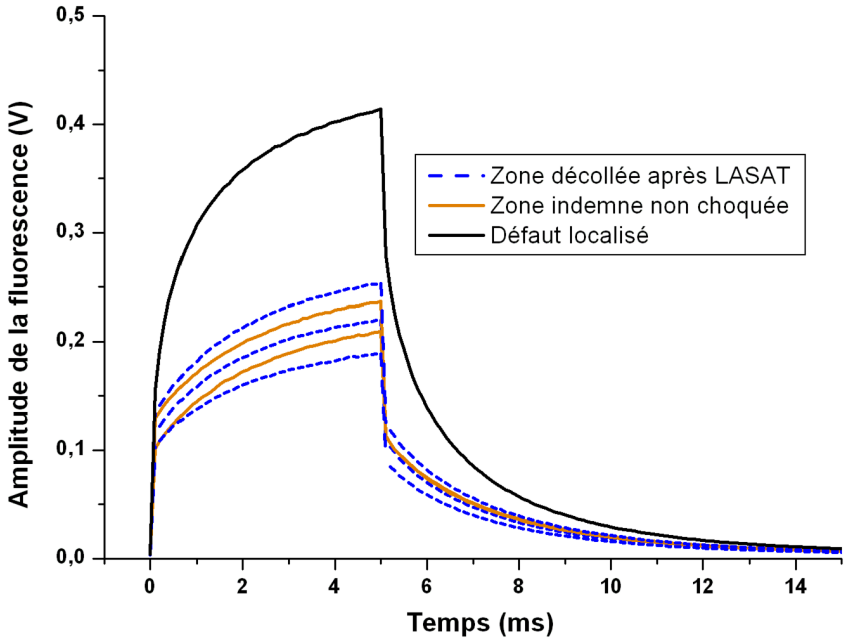
Les pointés rouges directement sur l'alumine dans les zones écaillées par LASAT, ne présentent aucun saut au départ et à la fin du laser d'excitation (Fig. 5.17(a)). Cependant leur intensité est largement supérieure aux autres relevés. La croissance du signal est progressive et continue.

Pour chaque relevé sur zircone (noirs, orange et bleus), les sauts ne sont pas négligeables et correspondent à environ 50% du signal de chaque courbe. Dans le cas des mesures sur des zones indemnes et des zones avec taches blanches, le signal final après la chute, est plus important que pour l'échantillon non vieilli. Cependant, après la chute d'extinction du laser, l'intensité de la fluorescence, est supérieure à 0,1 V. Pour les mêmes régions sur échantillon non vieilli, l'amplitude était de l'ordre de 0,01 V, soit dix fois moins intense. À noter aussi que les courbes orange peuvent être au dessus des courbes bleues

alors que dans l'échantillon précédent les zones indemnes étaient moins intenses que les zones endommagées.



(a) Relevés pour les fortes intensités



(b) Relevés pour les faibles intensités

Figure 5.17 – Profil temporel en amplitude du signal de fluorescence sur différentes régions caractéristiques : échantillon vieilli 100 cycles et de microstructure type C

La forte augmentation de l'intensité enregistrée de la fluorescence sur des zones écaillées

par rapport au brut d'élaboration traduit la croissance de la couche d'alumine. Comme la couche d'alumine passe de moins d'un micromètre d'épaisseur à trois micromètres environ après 100 cycles (paragraphe 4.2.2), ceci explique la variation d'intensité entre une barrière thermique vieillie écaillée et une barrière thermique brute écaillée aussi par LASAT.

Pour les zones où la zircone est toujours présente, le signal maximal obtenu avant l'extinction du laser (à $t = 5\,ms$), est essentiellement le résultat des sauts de fluorescence par la zircone. Cependant, pour les barrières thermiques vieillies, l'intensité après le saut représente une portion plus importante de l'amplitude maximale. Ceci met en évidence aussi l'augmentation du signal venant de l'alumine, alors que celui provenant de la zircone n'évolue pas entre échantillons vieillis et non vieillis.

5.3.3 Cartographies de la fluorescence sur échantillons choqués par LASAT

5.3.3.1 Observation des fissures interfaciales circulaires

La compréhension de l'évolution de l'intensité du signal de fluorescence pendant une mesure est essentielle avant le dépouillement mathématique et l'analyse des résultats de piézospectroscopie. La dernière phase des signaux relevés (après la chute), qui correspond à la décroissance de la fluorescence des ions de chrome, peut maintenant être mise sous la forme d'une décroissance exponentielle (Eq. 2.1). Ce calcul est effectué en tout point de la surface de l'échantillon, et permet de cartographier la barrière thermique. À partir des coefficient calculés plusieurs cartographies peuvent être réalisées et servir pour détecter des variations du signal de fluorescence sur l'ensemble d'une surface.

– ***Cartographie de l'amplitude de la fluorescence***

La cartographie en amplitude (Fig. 5.18) est réalisée en relevant le maximum de l'intensité en chaque point de mesure sur l'échantillon. Le maximum pris en compte est celui après la chute de fluorescence de fin de l'impulsion laser. L'amplitude calculée et cartographiée dans la figure 5.18 correspond au A de l'équation 2.1.

Les quatre échantillons sont présentés avec la même organisation que sur la figure 5.15. Les échelles des dimensions ne sont pas conservées entre les plaques et les pions, mais pour rappel les pions font 25 mm de diamètre et les plaques font 30 mm par 50 mm. Les scans des plaques sont sectionnés en deux par une ligne en pointillés. Ceci représente la zone d'assemblage pour deux acquisitions distinctes. En effet, le volume de données généré par la piézospectroscopie est très important. Dans le cas des échantillons plaques, la surface était trop étendue pour être cartographiée en une seule fois. La mesure a donc été réalisée en deux temps et les scans présentés sont un assemblage des deux cartographies obtenues pour chaque échantillon rectangulaire. Pour les pions, la surface d'analyse permettait une seule mesure par échantillon.

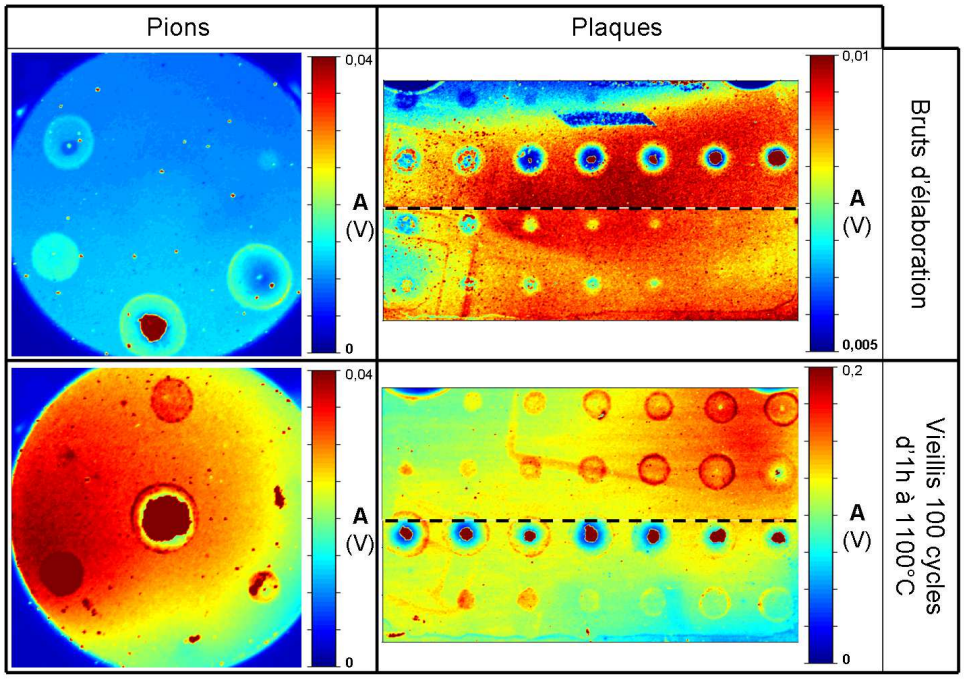


Figure 5.18 – Cartographies de l'amplitude (A) de la fluorescence pour les quatre échantillons

Le premier constat qui peut être fait à partir de des cartographies concerne les taches circulaires obtenues par contraste d'amplitude de fluorescence. Elles se trouvent aux mêmes emplacements que les taches blanches identifiées sur les images optiques numérisées en figure 5.15. Dans certains cas, de nouvelles zones circulaires apparaissent dans la piézospectroscopie, en particulier pour le pion possédant une microstructure de type D et cyclé thermiquement. Cet échantillon ne présentait aucune tache blanche mais révèle maintenant par piézospectroscopie trois zones circulaires à 0, 4 et 8 h. Leur diamètre est variable. À 2 h sur le pion brut d'élaboration, une nouvelle zone de faible diamètre est détectée par la piézospectroscopie. Les autres anneaux sur cet échantillon étaient déjà observés visuellement. Les cartographies révèlent que l'amplitude de la fluorescence peut augmenter ou diminuer au sein d'une tache. L'intensité de la fluorescence acquise est soumise à d'importantes variations qui permettent justement de détecter ces taches par piézospectroscopie.

Le contour des taches se traduit toujours par une augmentation de l'amplitude. En effet, une alumine relaxée génère un signal plus intense qu'une alumine contrainte. Les taches correspondent alors à des régions où l'alumine a été fissurée par l'onde de choc de l'essai LASAT et où les contraintes sont atténuées. Il faut noter aussi les fortes variations des échelles sur les cartographies en amplitude. L'augmentation de l'intensité du signal de fluorescence entre des échantillons bruts d'élaboration et cyclés est compréhensible par la croissance de la couche d'alumine. Cependant, entre la plaque et le pion brut d'élaboration, ou entre ceux vieillis, les intensités diffèrent. Comme les plaques et les

pions n'ont pas été élaborés simultanément, il est probable que ces variations viennent de différences comme l'épaisseur de zircone, la composition de la sous-couche et de la couche d'alumine, ou aussi l'orientation du cristal d'AM1 qui est maitrisée dans la direction <100> pour les pions, et aléatoire pour les plaques. Cette variation ne peut pas être imputée à l'équipement de piézospectroscopie. En effet, les plaques sont analysées en deux temps chacune. Cependant, elles conservent bien entre les deux parties d'une même plaque, le même niveau d'amplitude. Ceci élimine l'hypothèse d'une variation du système d'acquisition, entre deux relevés.

– ***Cartographie de la durée de vie de la fluorescence***

Les cartographies en durée de vie τ (Fig. 5.19) par dépouillement mathématique selon l'équation 2.1 présentent aussi des variations sur les échantillons qui révèlent bien les fissures générées par LASAT. Cependant, le pion et la plaque bruts d'élaboration produisent des cartographies bruitées. Ainsi, les contours des zones de décohésion sur la plaque brute d'élaboration sont difficilement révélés. Après le cyclage thermique, la cartographie en durée de vie permet de bien différencier les zones fissurées des zones saines. L'allure de la décroissance de la fluorescence est dépendante aussi des contraintes que subissent les ions Cr^{3+} dans l'alumine. Sur ces cartographies en τ (Fig. 5.19), les échelles sont conservées entre les échantillons. La diminution de la durée de vie quand une décohésion apparaît se produit dans tous les cas étudiés. Les atomes de chrome reviennent plus vite dans leur état stable quand ils sont dans une alumine moins contrainte.

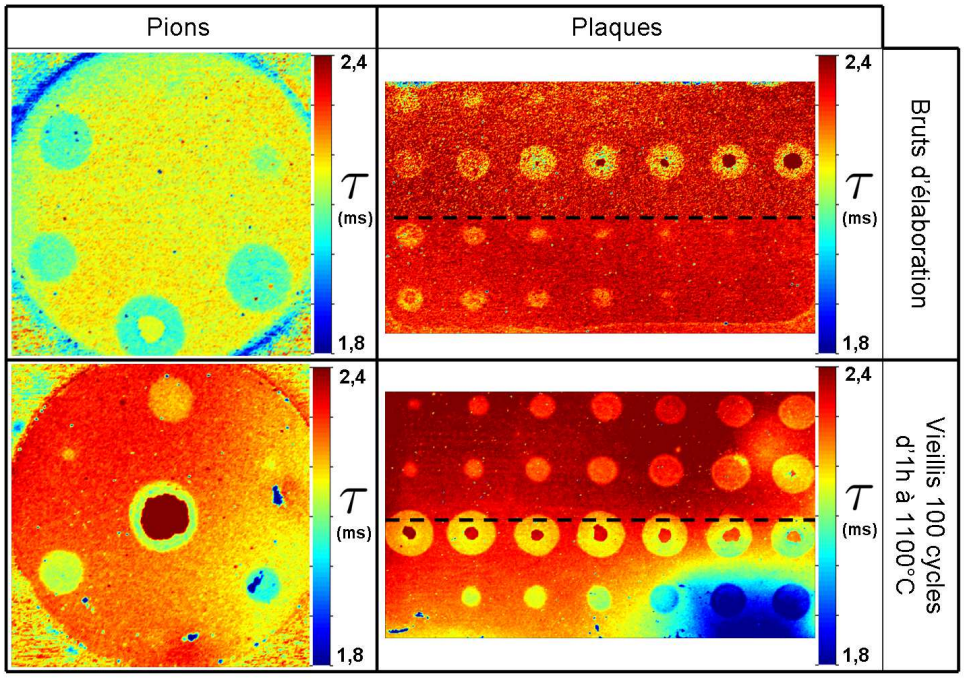


Figure 5.19 – Cartographie de la durée de vie la fluorescence pour les quatre échantillons

Les différences observées sur durée de vie de la fluorescence de l'alumine, entre la plaque et le pion non vieillis, ne sont pas élucidées en l'état. En revanche, pour les échantillons cyclés thermiquement, les durées de vie sont en accord entre les deux géométries d'échantillon. Entre les pions, de manière générale la durée de vie augmente avec le cyclage thermique de la barrière thermique. La croissance de la couche d'alumine augmente les contraintes internes. Comme observé entre des zones fissurées et les zones intactes sur un même échantillon, une couche d'alumine plus contrainte donne une durée de vie plus élevée.

– ***Cartographie du gamma de la fluorescence***

Les cartographies en γ (Fig. 5.20), qui représentent l'exposant de la décroissance dans l'équation 2.1, donnent des résultats différents de celles en durée de vie et en amplitude. Dans les cas précédents, le cyclage de la barrière thermique favorise l'observation des taches. Dans le cas présent, les zones de décohésion sont plus délicates à repérer pour les barrières thermiques cyclées. Mais les zones écaillées sont très contrastées avec un γ proche de l'unité. Le γ est un indicateur de l'ordre du système. Un gamma faible sera plutôt représentatif de zones où l'alumine est homogène en contrainte. Aussi, le gamma augmente dans les zones choquées de la plaque brute d'élaboration, tandis qu'il diminue dans ces zones pour le pion brut d'élaboration et la plaque vieillie. Cette observation n'est pas expliquée, tout comme la diminution du contraste des taches sur les cartographies en gamma avec le cyclage thermique.

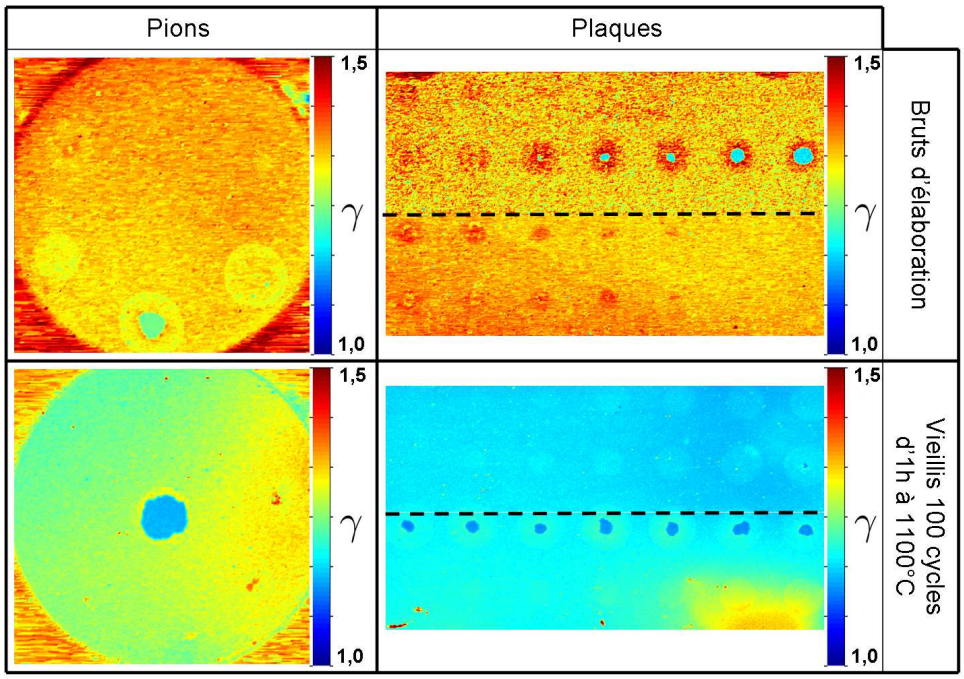


Figure 5.20 – Cartographies du coefficient gamma de la fluorescence pour les quatre échantillons

– ***Cartographie du résidu B de la fluorescence***

Enfin, la dernière cartographie obtenue à partir du dépouillement de l'équation 2.1 concerne le résidu B de la décroissance de la fluorescence. Ce paramètre est indépendant du temps et serait donc mesuré en l'absence d'excitation avec un laser. Ce point n'a pas été vérifié. Sur les cartographies de B (Fig. 5.21), les zones d'écaillage sans zircone sont définies nettement avec un résidu B faible. Cependant, certaines écailles sur la plaque cyclée thermiquement ne font pas apparaître de contraste. Les taches circulaires habituelles ne sont pas bien détectées ou pour certaines à peine détectables. Il est important de noter que la plaque non cyclée fait ressortir une différence importante des valeurs entre les demi-cartographies qui est mise en évidence par l'écart entre les plages des échelles. Ceci n'est pas observé pour la plaque cyclée. Il est probable que ce résidu B soit fortement induit par la réflexion optique des couches. Ainsi, la présence de sources de lumière parasites dans la salle d'acquisition génère une réflexion de la barrière thermique que le système de mesure capte. La zircone étant blanche, elle renvoie l'ensemble des longueurs d'ondes. Sur les zones écaillées, l'absorption lumineuse est plus élevée (sombre) ce qui peut expliquer qu'en ces points, la lumière extérieure parasite renvoyée au système de mesure soit limitée. Entre les deux blocs de la plaque non vieillie, il se peut que les rayonnements extérieurs aient été plus importants et donc qu'ils aient généré un résidu plus élevé dans l'analyse mathématique des profils de fluorescence.

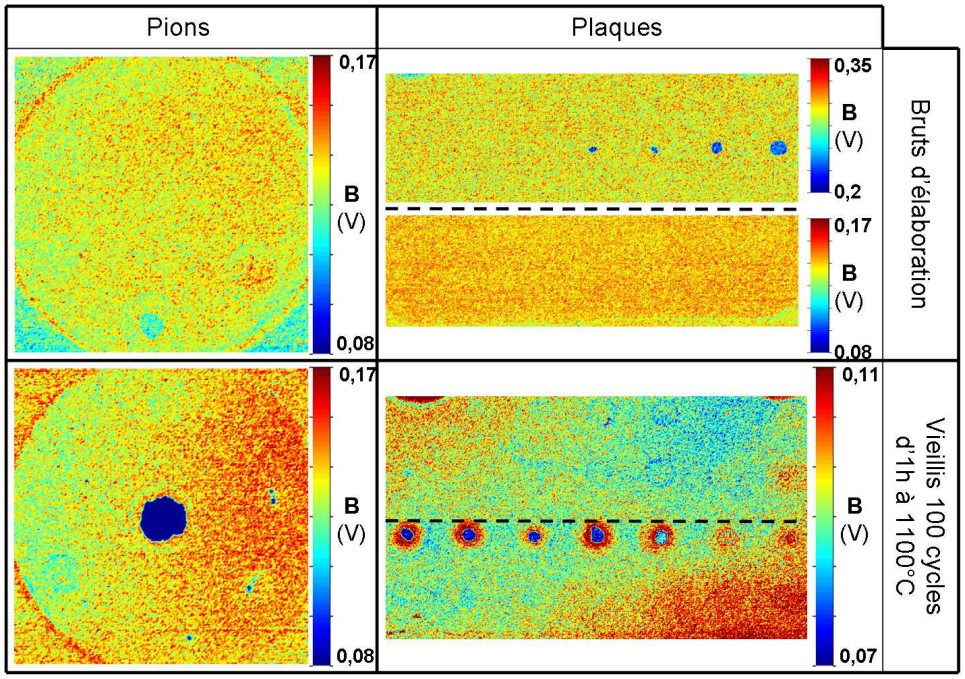


Figure 5.21 – Cartographies du résidu B de la fluorescence pour les quatre échantillons

Afin de valider ou non cette hypothèse, il faudrait réaliser deux scans d'un même échantillon. Le premier en assombrissant au maximum la salle de mesure pendant l'acqui-

sition, et le second en générant une source de lumière continue. Il peut aussi être envisagé d'allumer ou d'éteindre cette source de lumière extérieure durant le balayage de la surface de l'échantillon. Si la réflexion de la lumière extérieure par la barrière thermique est responsable de la variation du résidu, les valeurs de B seront différentes pour un même échantillon.

5.3.3.2 Gradients locaux de l'amplitude A de la fluorescence à l'endroit des décohésions par LASAT

Les cartographies en amplitude présentent des hétérogénéités locales que ce soit entre différentes zones choquées d'un même échantillon ou bien entre différents échantillons. Dans la figure 5.22, les deux échantillons pions illustrent la discussion après modification et amélioration des contrastes en amplitude. Les observations suivantes sont aussi valables pour les plaques (Fig. 5.18). Certaines zones fissurées, en particulier celles de grands diamètres, présentent des hétérogénéités d'amplitude du signal. Les zones écaillées, en bas sur le pion brut d'élaboration et au centre du pion cyclé thermiquement, laissent aussi voir ces variations dans les zones ou la zircone persiste. Sur toutes les taches, l'amplitude est maximale en leurs périphéries. Puis, du pourtour vers le centre, l'amplitude diminue légèrement ou fortement suivant les cas. Pour certaines zones choquées, l'amplitude de la fluorescence dans une tache est supérieure aux zones indemnes de l'échantillon (cas des taches à 8 h sur les deux pions), et dans d'autres cas seule la périphérie de la tache sera intense alors que le centre sera plus faible (cas des chocs à 4 h sur les deux pions) ou de même intensité qu'une région indemne.

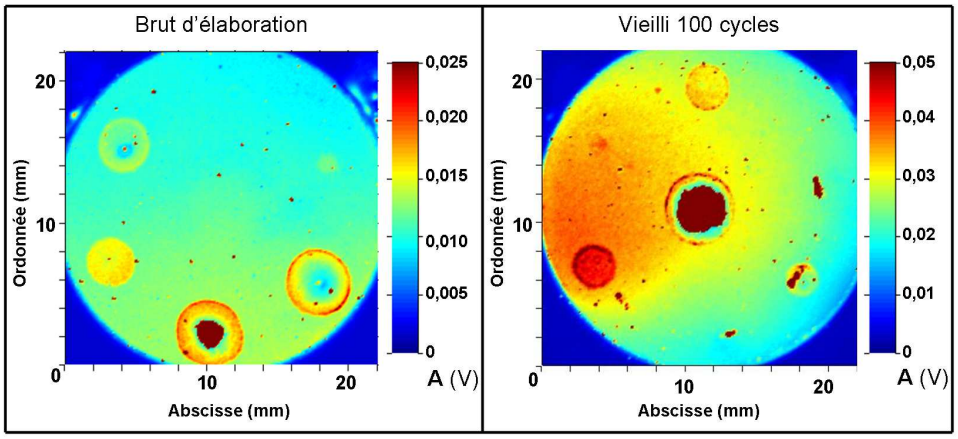


Figure 5.22 – Cartographies en amplitude de fluorescence : observation de gradients locaux au sein de certaines décohésions générées par LASAT

Ces gradients locaux d'amplitudes ne peuvent être expliqués par des modifications de la couche d'alumine. Toutes les observations métallographiques faites en coupe sur les fissures provoquées par LASAT présentent des faciès de rupture similaires (partie 4.3)

que ce soit au centre ou en périphérie des décohésions circulaires. Donc ce changement local d'amplitude de signal ne s'explique pas par une différence de l'endommagement de l'alumine.

La figure 5.23 schématise l'influence de la courbure du dépôt sur les bords d'une zone choquée. Quand le système revêtu est indemne, l'ensemble de l'amplitude de la fluorescence correspond essentiellement à de l'alumine contrainte, avec quelques zones d'alumine relaxée par des défauts locaux, qui apparaissent avec la croissance de la couche d'alumine (partie 4.2.2) et qui sont intégrés dans le volume analysé. L'ensemble du signal est atténué par l'épaisseur de zircone traversée.

Dans une zone avec décohésion, la majorité de l'alumine reste adhérente à la sous-couche, et donc reste contrainte par le substrat. Une proportion de la couche d'alumine est cependant décollée avec la zircone libre. Cette alumine "embarquée" participe au signal de fluorescence d'ions Cr^{3+} relaxés, et donc avec une amplitude plus importante. Cependant, là aussi le niveau de la fluorescence mesurée sera atténué par la zircone à traverser.

Dans la région où la zircone est écaillée, il ne reste plus que de l'alumine adhérente au substrat et donc contrainte. La fluorescence fournie par ces atomes de chrome est faible comparé à de l'alumine plus relaxée, mais l'absence de la zircone dans ces zones supprime les effets d'atténuation du laser incident et de la fluorescence renvoyée. Ainsi, le signal collecté est très intense en amplitude.

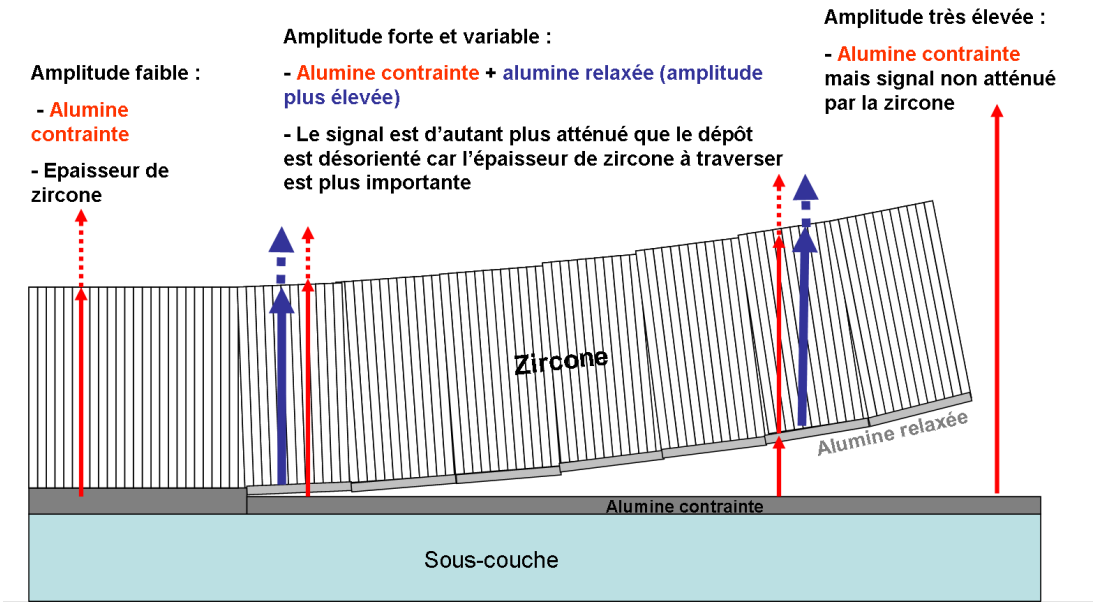
En approfondissant les observations des zones avec un gradient interne en amplitude et des zones homogènes, et en les associant aux observations visuelles (Fig. 5.15) et aussi à la profilométrie 3D, l'orientation des colonnes par le cloquage du dépôt de zircone devient un phénomène à prendre en compte.

Les chocs avec écaillage possèdent des gradients locaux d'amplitude dans les zones où la zircone est encore présente mais décollée. L'observation visuelle (lumière rasante) et la profilométrie montrent un flambage de la zircone. La figure 5.23 schématise la déformation du dépôt et l'écaillage.

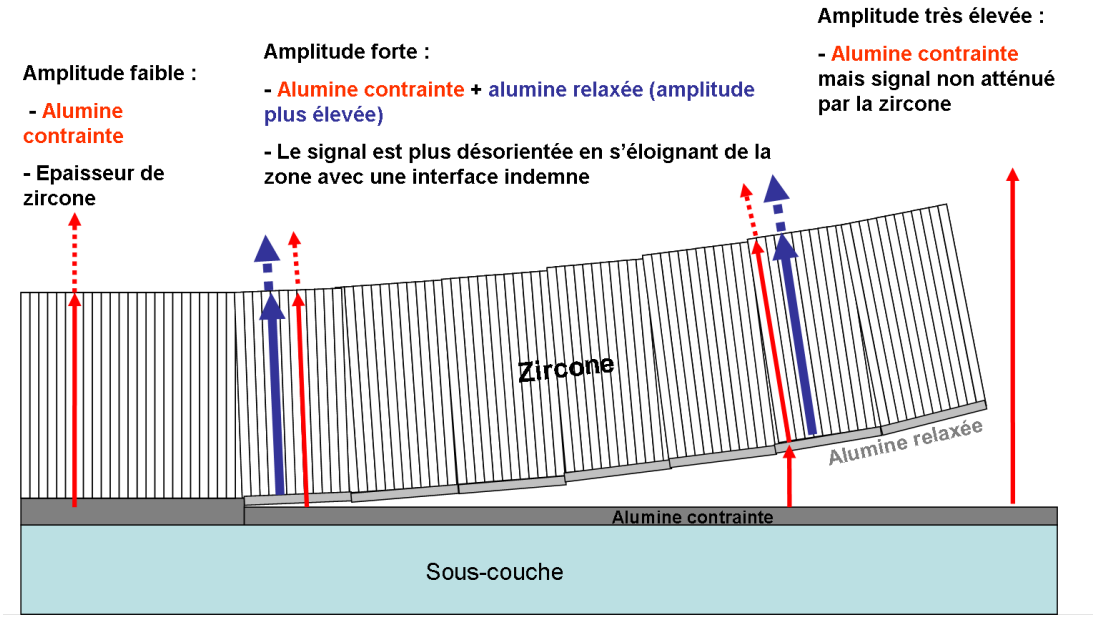
La déformation de la zircone permet d'envisager deux hypothèses qui peuvent expliquer les gradients locaux d'amplitude au sein des taches.

Dans la première hypothèse, les rayonnements incidents et émis par la fluorescence ne sont pas affectés par l'orientation des colonnes (Fig. 5.23(a)) et ainsi l'épaisseur de zircone traversée par le laser et par la fluorescence émise change en fonction de l'angle du dépôt. Elle est d'autant plus importante que l'angle de désorientation est élevé. Ainsi, plus le revêtement est désorienté, plus les rayonnements doivent traverser des épaisseurs de zircone élevées, et plus le signal collecté par le système est atténué. Cela peut expliquer qu'au centre des taches qui possèdent un endommagement de la zircone type écaille, le signal soit faible, car c'est en ces points que la zircone est la plus courbée.

Dans la seconde hypothèse, les rayonnements sont orientés par la structure colonnaire



(a) Hypothèse 1 : Atténuation pour un rayonnement affecté par l'épaisseur de zircone traversée



(b) Hypothèse 2 : Atténuation pour un rayonnement affecté par l'orientation des colonnes

Figure 5.23 – Schéma descriptif des deux hypothèses de l'influence de la courbure du dépôt sur l'intensité de la fluorescence

(Fig. 5.23(b)) qui joue le rôle de guide optique. La fluorescence sortant du dépôt va être dirigé dans différentes directions en fonction de l'orientation des colonnes. Ici, l'intensité de la fluorescence n'est pas altérée car elle traverse la même épaisseur de zircone. Seule l'orientation du rayonnement varie en fonction de l'angle du dépôt.

Cependant, le système de collecte du signal est constitué d'une fibre optique comme

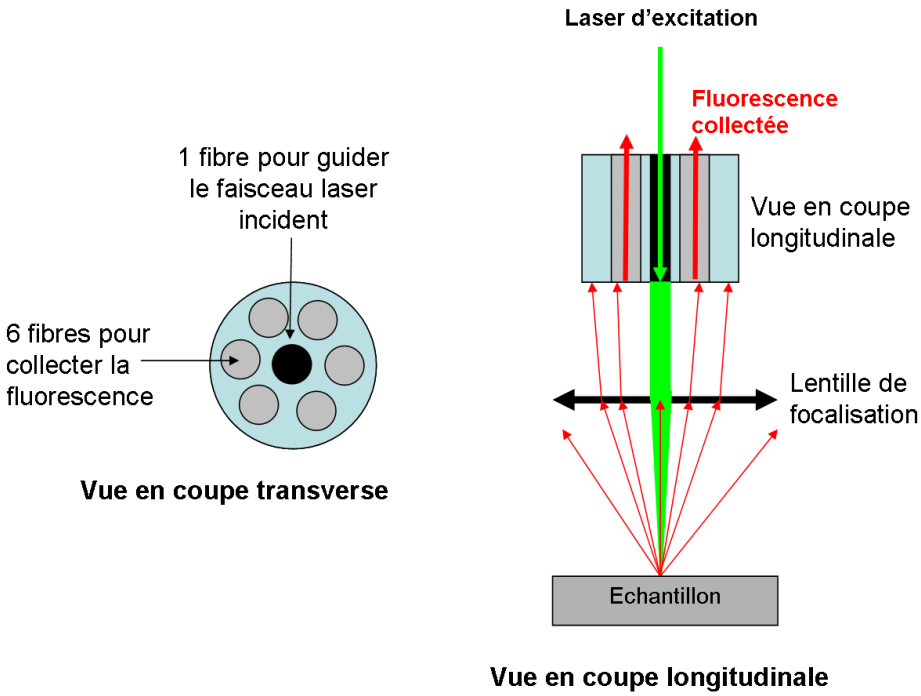


Figure 5.24 – Schéma du montage de la fibre optique permettant l'arrivée du laser d'excitation et la collecte de la fluorescence émise

présentée sur la figure 5.24. La fibre centrale est celle par laquelle le faisceau laser d'excitation est transporté et guidé vers l'échantillon. Les six fibres autour sont les fibres de collecte qui réceptionnent la fluorescence et la guide vers le système d'acquisition.

Dans l'hypothèse que la zircone modifie l'orientation du signal de la fluorescence, en fonction de la direction des colonnes, la position des fibres de collecte peut jouer sur le signal collecté. En effet, en incidence parfaitement normale, cas de gauche sur la figure 5.25, le signal a tendance à revenir vers la fibre principale qui ne sert pas pour l'acquisition de la fluorescence. Avec de faibles angles, schéma central, la fluorescence sera orientée vers les fibres de collecte. Et pour les angles importants, le signal n'est pas réceptionné par la fibre optique.

Les observations entre les cartographies en intensité, la lumière rasante et la profilométrie se révèlent cohérentes avec cette hypothèse. En effet, en étant sur une zone indemne, la zircone renvoie la partie la plus intense de la fluorescence dans la fibre émettrice du laser. Sur les pourtours de la décohésion, la très faible désorientation des colonnes dévie la fluorescence, qui est mieux collectée, jusqu'à atteindre un angle optimal où la cartographie présente l'intensité maximale. Enfin, plus l'angle de déformation de la surface est prononcé, plus la partie centrale du rayonnement de fluorescence sort des fibres de collecte.

Il serait possible de vérifier ces hypothèses liées à l'orientation des colonnes dans de futurs essais de piézospectroscopie.

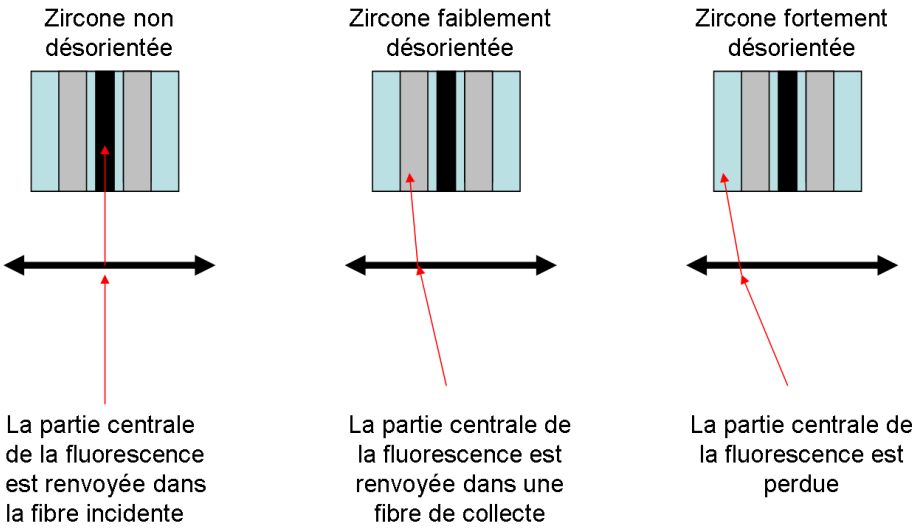


Figure 5.25 – Influence de la déviation de la fluorescence, par un revêtement déformé, sur la collecte du signal par le système fibre + lentille

Un premier essai permettrait de vérifier le rôle de l'angle de la zircone, qui est l'élément principal des deux hypothèses envisagées. Il consisterait à balayer des fissures avec écailles, qui produisent facilement des gradients locaux en amplitude de fluorescence. Ensuite, il faudrait reproduire la mesure en inclinant légèrement l'échantillon. Si l'angle de la zircone par rapport aux faisceau laser, est modifié entre les deux balayages d'un même échantillon et si les cartographies en amplitude sont modifiées (en particulier si les niveaux d'intensité de fluorescence mesurés sont déformés et décentrés par rapport aux chocs), alors les deux hypothèses seront vérifiées.

Un second essai avec une modification de la fibre optique pourrait permettre de vérifier l'effet de la désorientation des rayonnements optiques. Il faut par exemple obturer trois fibres de collecte côte à côte et conserver les trois autres pour la mesure de fluorescence sur des zones écaillées. Cette modification rendrait le système de collecte de fluorescence asymétrique. Dans le cas d'une déviation des rayons, la cartographie obtenue ne donnera plus des taches avec des niveaux d'intensités de formes circulaires. Un côté de l'écaille serait intense et l'autre serait très atténué car la fluorescence sera guidée vers les fibres obturées.

5.3.3.3 Variations locales d'amplitude liées à des pollutions de surface

Des variations locales sont observées sur les cartographies piézospectroscopiques en dehors des zones choquées par LASAT. L'identification de leur origine a pour but de maîtriser les perturbations qui peuvent intervenir sur une cartographie afin de les écarter pour la recherche de fissures générées par LASAT.

– ***Cas n°1***

Le pion avec 100 cycles thermiques laisse voir des zones avec des élévations d'amplitude qui sont localisées sur la figure 5.26. Cette modification de la fluorescence mesurée est aussi observée sur les trois autres cartographies (τ, γ et B) de ce pion (respectivement les figures 5.19, 5.21 et 5.20). En imagerie optique, la surface de la zircone semble avoir frotté et présente une zone usée. Cette observation est confirmée au MEB en vue de dessus, où les sommets des colonnes, ici une microstructure type D, sont écrasés (Fig. 5.26).

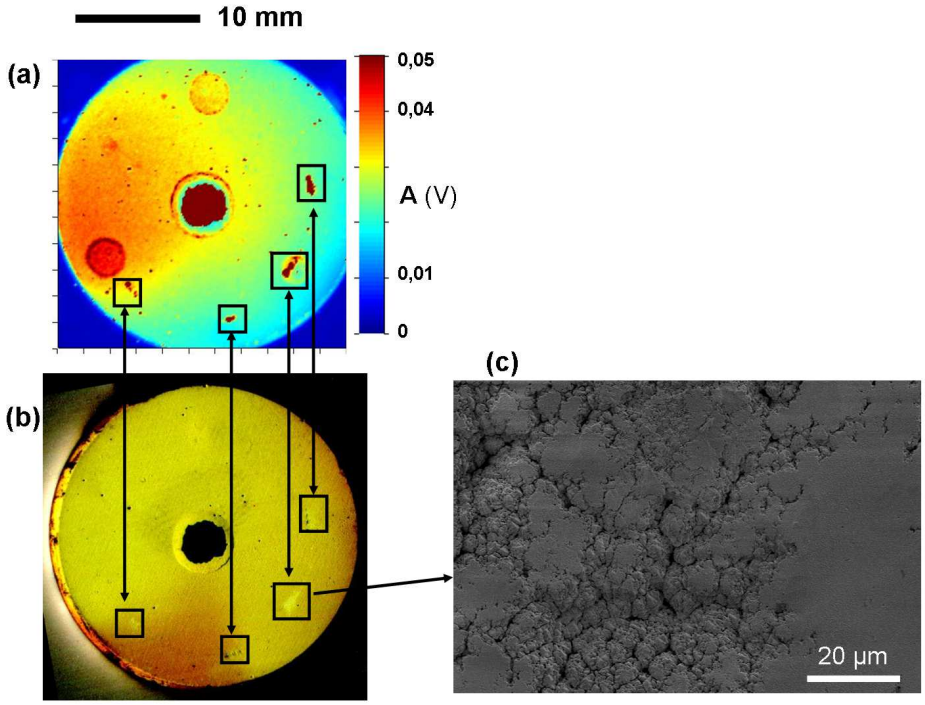


Figure 5.26 – Observation par (a) piézospectroscopie (en amplitude), (b) imagerie optique et (c) MEB de zones d'endommagement de la surface de la zircone

Cet endommagement de surface peut être directement responsable de la modification de la mesure si des résidus de matière étrangère sont toujours présents. La variation de l'épaisseur de zircone par le frottement est trop faible pour être responsable de la forte variation de signal. Une deuxième hypothèse, la plus probable, est que pendant la création de cet endommagement en surface de la zircone, l'alumine ait été altérée et fissurée. La surintensité locale serait alors essentiellement due à un endommagement différent et donc à une fluorescence modifiée en ces points.

– ***Cas n°2***

Sur la plaques brute d'élaboration, une trace est également observée (Fig. 5.27) visuellement ou sur la cartographie en amplitude obtenue par piézospectroscopie. Cette trace n'était pas présente avant la mesure de piézospectroscopie à l'ONERA (Fig. 5.15). Dans cette zone, l'amplitude (A) du signal de fluorescence est très faible et les cartographies en durée de vie τ, en γ et en résidu B ne révèlent pas ce défaut (Fig. 5.19, 5.21 et 5.20).

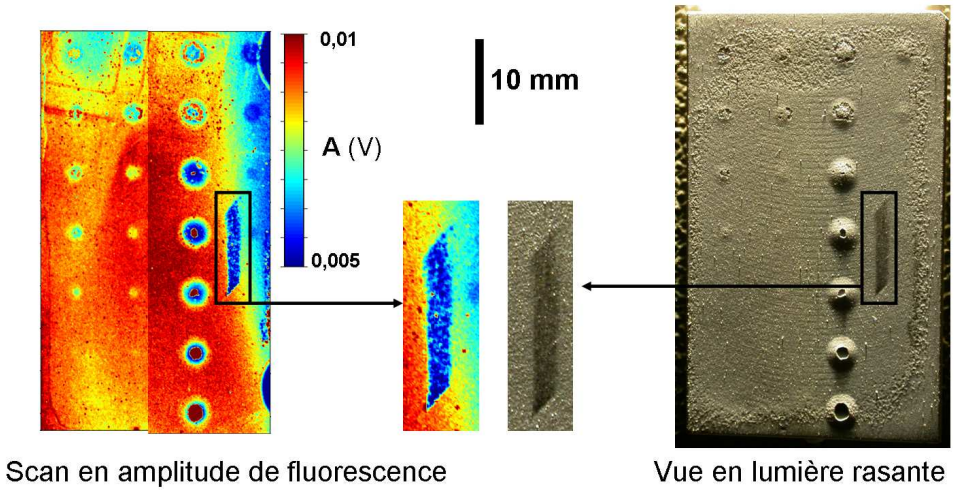


Figure 5.27 – Détection d'une trace de résidus métalliques à la surface de l'échantillon

Cette trace est surement le résultat d'un contact du système optique sur l'échantillon. L'optique qui focalise l'impulsion laser et collecte la fluorescence est très proche de la surface pendant la mesure. Sa position est adaptée afin de focaliser le faisceau laser au niveau de la couche d'alumine. Dans de rares cas, l'optique peut rentrer en contact avec la zircone alors que l'échantillon se déplace. Ceci est responsable de cette trace, qui correspond à des résidus métalliques de l'optique laissés à la surface de la zircone. Cette fine mais sombre pellicule filtre une partie de l'intensité du laser et aussi de la fluorescence et réduit ainsi fortement l'amplitude du signal. Cependant, elle ne génère aucun signal parasite et n'a pas produit d'endommagement dans l'alumine car les autres cartographies (Fig. 5.19, 5.21 et 5.20) ne sont pas modifiées. Si l'alumine avait été fissurée, les autres paramètres de la décroissance exponentielle de la fluorescence (Eq. 2.1) auraient été différents.

– ***Cas n°3***

Trois autres types de défaut ont été observés sur les plaques mais pas sur les pions. Le premier, encadré en noir sur la figure 5.28 est détecté sur l'ensemble des cartographies de piézospectroscopie, et aussi optiquement. Ce liseré n'est localisé que sur le contour des plaques. Il provient d'une pollution laissée par le joint neuf de maintien pendant le choc laser. Ces résidus perturbent le signal de piézospectroscopie sur toutes les cartographies. Ainsi, contrairement au défaut précédemment décrit avec la trainée métallique à la surface de la zircone, ce dépôt génère aussi un signal parasite car il n'y a pas seulement l'intensité qui est affectée. Cependant, il est peu probable que l'alumine soit endommagée. La pression de serrage appliquée par les joints de contact est progressive et maîtrisée et ne peut pas provoquer de fissuration au niveau de la couche d'alumine.

Toujours sur la figure 5.28 mais encadré en vert, un second type de défauts apparait sur certaines taches blanches par LASAT. Localement des surintensités sont visibles sur la cartographie en amplitude, et se repèrent aussi sur l'image optique. Il s'agit de zones

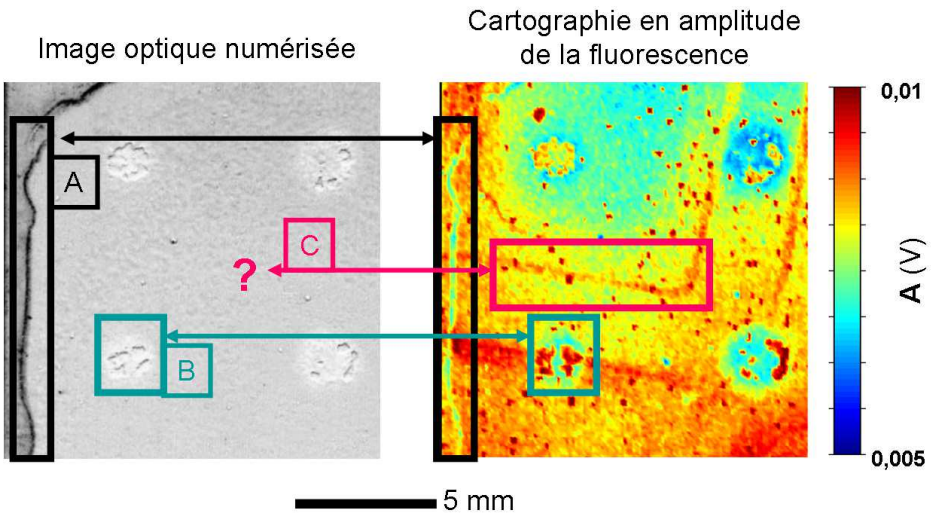


Figure 5.28 – Variations locales de l'amplitude de la fluorescence et correspondance avec les défauts observés par observations optiques de la surface

où la zircone a été rompue aussi dans son épaisseur par l'essai LASAT et crée donc une marche à la surface. La partie supérieure du dépôt n'est plus présente. Dans ces zones, l'épaisseur de zircone est réduite et le signal qui traverse la couche de céramique est donc moins atténué. Des surintensités d'amplitude sont générées par la différence d'épaisseur traversée. L'origine de cet endommagement est décrite dans la partie 4.3.4.

Un autre type de défauts, repéré en rose sur la figure 5.28 est détecté juste sur les cartographies en amplitude de la fluorescence et seulement sur les plaques. La surface de la zircone dans ces zones particulière a été observée au MEB en vue de dessus et aucune trace n'est apparue également. L'agencement rectiligne et perpendiculaire de ces lignes est un indice à souligner mais les observations faites ne permettent pas de comprendre l'origine de ces lignes. Cependant, leur détection seulement sur les cartographies en amplitudes supprime l'hypothèse d'un endommagement de la couche d'alumine.

5.3.3.4 Gradient étendu en durée de vie de la fluorescence

Un gradient étendu sur l'ensemble de la surface d'un même échantillon est observé sur les cartographies. Cela est très flagrant sur les durées de vie de fluorescence des revêtements vieillis thermiquement. La figure 5.29 montre ces variations par des flèches sur plaque ou sur pion. Les mêmes observations sont possibles pour les autres paramètres (amplitude, gamma et résidus).

Il est difficile d'associer ces gradients à une caractéristique de la barrière thermique ou du procédé de mesure. Cependant quelques hypothèses peuvent être formulées. Le sablage de la sous-couche avant le dépôt EB-PVD est réalisé manuellement, et peut générer des variations de la rugosité sur l'ensemble de la surface d'un même échantillon, en fonction

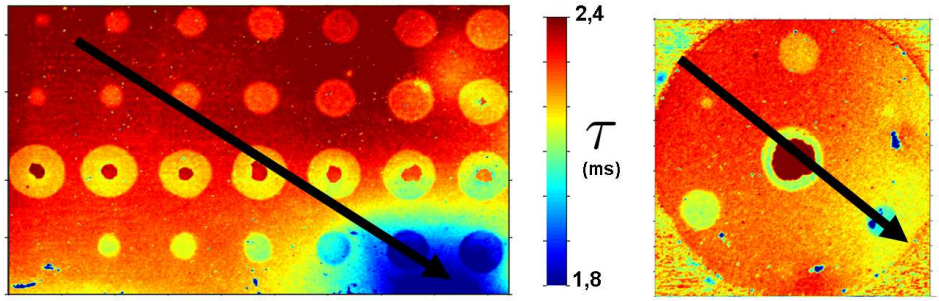


Figure 5.29 – Gradient étendu en piézospectroscopie : exemple des cartographies en durée de vie sur échantillons cyclés

des balayages de la buse. Le signal de fluorescence dépend de l'épaisseur et de la contrainte dans la couche d'alumine. Ce dernier élément est sensible à la rugosité de la sous-couche.

Aussi, les variations en piézospectroscopie sont plus importantes aux bords des échantillons. Il est possible que des effets thermiques soient plus perturbateurs en ces endroits, soit pendant la mesure, soit pendant l'élaboration ou le cyclage des systèmes.

5.4 Détection et mesures non destructives des fissures générés par LASAT

L'objectif de la piézospectroscopie dans l'étude est de localiser et dimensionner de manière non destructive les fissures générées par le choc laser. En effet, ces défauts génèrent des taches blanches, mais ce phénomène optique a des limites de détection. Certaines microstructures ne montrent jamais de changement de blancheur et d'autres laissent juste deviner une modification du contraste mais sans possibilité de la dimensionner par analyse d'image. En utilisant la relaxation des contraintes engendrée par la fissuration entre l'alumine et la zircone, la piézospectroscopie révèle bien des fissures circulaires qui rappellent les taches blanches observées optiquement.

5.4.1 Détection des fissures générées par LASAT

Trois méthodes de la catégorie des contrôles non destructifs ont permis d'observer des modifications spatiales après l'essai LASAT. Dans chaque cas, un phénomène physique différent est exploité. La tache blanche révèle la fissure par le changement optique que provoque la présence d'une lame d'air. La profilométrie 3D, et plus simplement l'observation en lumière rasante, mettent en évidence pour des diamètres suffisamment grands, les bombés que la zircone forme quand elle est localement libérée de ses contraintes de compression. Enfin la piézospectroscopie traduit la relaxation des contraintes directement dans la couche d'alumine.

Il est possible de comparer les observations par ces trois méthodes non destructives suivant les échantillons. La figure 5.30 regroupe les trois images obtenues pour le pion de microstructure colonnaire B et brut d'élaboration. Le schéma associé précise l'emplacement des chocs laser. Dans ce cas, l'image optique avec contraste renforcé est réalisée après traitement thermique de blanchiment. les taches blanches n° 2, 3, 4 et 5 sont bien détectées et peuvent même être mesurées par analyse d'image. Le choc n° 6 laisse deviner un changement de blancheur mais aux contours peu contrastés. Pour le tir laser n° 1, un doute existe à l'observation optique. L'image de la surface du pion en lumière rasante dévoile des bombés aussi pour les choc n° 2, 3, 4 et 5. La mesure des diamètres est plus délicate du fait de l'ombrage, en particulier pour les deux taches blanches les plus petites (n° 2 et 3). Les autres emplacements de choc ne révèlent rien. La piézospectroscopie, notamment avec la cartographie en durée de vie τ de la fluorescence, détecte très bien les cinq taches et apporte même en sus la possibilité de mesurer la plus petite (n° 6), avec une précision relativement élevée au regard des contrastes distincts obtenus sur les contours.

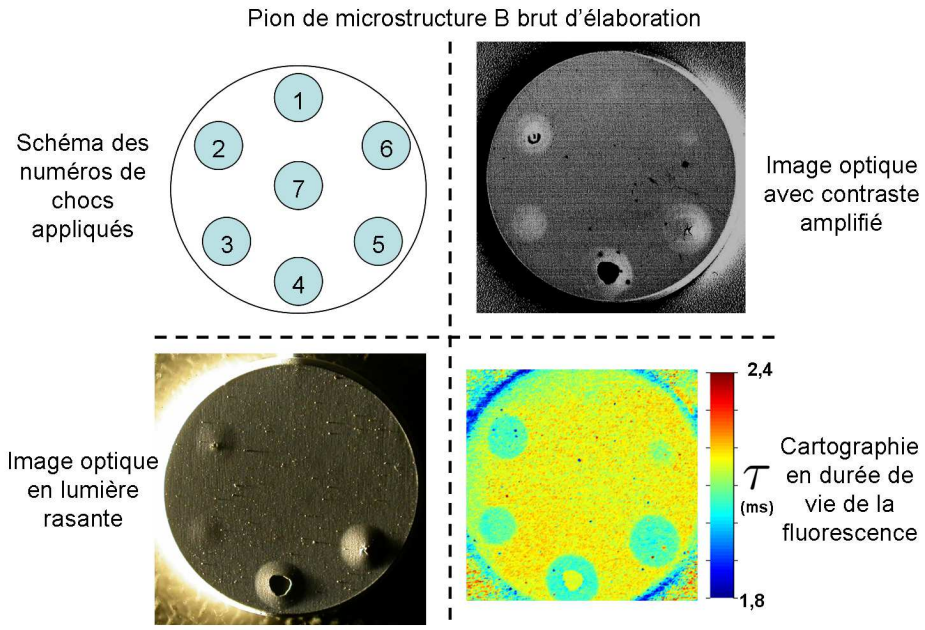


Figure 5.30 – Acquisitions par scanner numérique, lumière rasante et piézospectroscopie d'un échantillon de microstructure B brut d'élaboration

La figure 5.31 regroupe les images obtenues sur le pion de microstructure D et vieilli 100 cycles d'une heure à 1100°C. L'observation optique numérisée avec le contraste renforcé ne laisse pas voir de taches blanches à cause du comportement optique de la microstructure (partie 5.1). Le choc n° 1 est malgré tout deviné par un léger effet d'ombrage avec le scanner à plat. Le pourtour de l'écaille sur le tir laser n° 7 est aussi détecté. En lumière rasante, trois bombés en plus de celui avec l'écaille, sont observés. Le plus prononcé est le n° 1 qui se prêterait à une mesure de diamètre. Pour les deux autres cloques aux

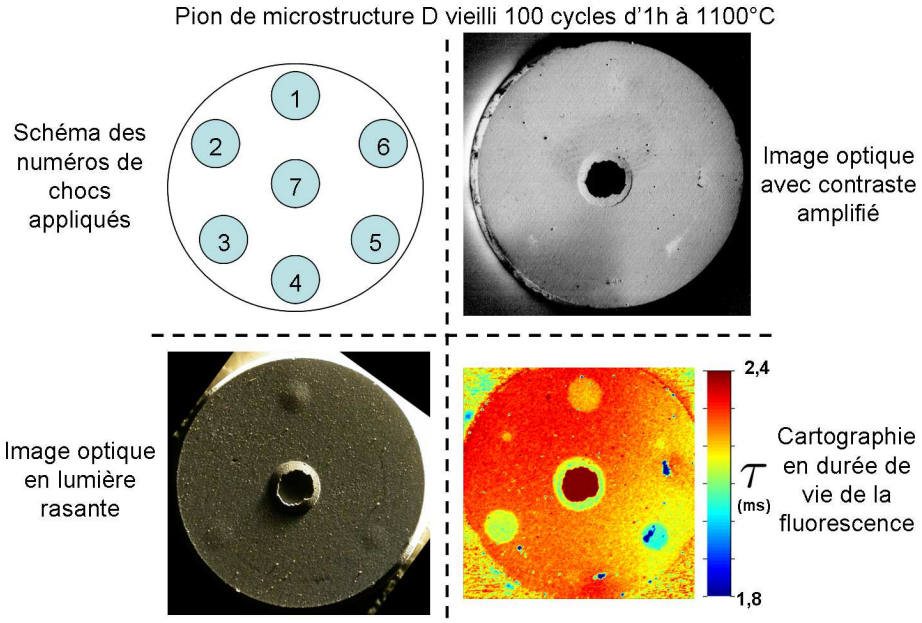


Figure 5.31 – Acquisitions par scanner numérique, lumière rasante et piézospectroscopie d'un échantillon de microstructure D et cyclé 100 fois pendant une heure à 1100°C

.

emplacements n° 3 et 5, le bombé n'est pas assez élevé pour générer une ombre contrastée. En piézospectroscopie, toutes les taches numérotées 1, 3, 5 et 7 sont repérées et sont mesurables. Sur l'emplacement du tir LASAT n° 2, une tache bien distincte mais de taille très réduite est observée. La durée de vie de la fluorescence révèle aussi de faibles variations pour les chocs laser 4 et 6, mais le contraste n'est pas suffisant pour permettre un dimensionnement fiable.

Ces deux exemples de comparaison révèlent les limites des techniques pour détecter et mesurer des décohésions après l'essai LASAT. Dans le cas des microstructures usuelles (les familles A à C), la méthode optique est une technique simple et efficace pour détecter les fissures. Pour de très petits diamètres, inférieurs au millimètre, il est cependant difficile de mesurer la tache car celle-ci est souvent peu contrastée. En revanche, dans le cas de décohésions supérieures à un millimètre de diamètre, la technique est jugée suffisante. À noter qu'une marge de progression pour une détection optique optimisée est possible par l'emploi d'une caméra multispectrale qui va améliorer le contraste de la tache blanche. Par contre, si la microstructure est de type D ou E, les fissures seront invisibles par observation optique à la lumière blanche.

La recherche des déformations de la surface de la zircone par la méthode de la lumière rasante, ou de la profilométrie, est simple, rapide et indépendante de la microstructure de l'échantillon. En effet, chaque famille colonnaire cloque si la surface de décohésion est suffisante. Cependant, les petites surfaces décollées ne génèrent pas de bombés et ne peuvent donc pas être observées. La profilométrie permet de plus de mesurer la hauteur

de la déformation. Cependant, en ce qui concerne le dimensionnement du diamètre du cloquage, cette méthode est très incertaine car la déformation de la zircone est lente et progressive sur la périphérie de la décohésion.

La piézospectroscopie est la technique la plus sûre et adaptée. Elle permet de révéler les décohésions pour tous les diamètres de fissuration. La microstructure de la zircone ne semble pas avoir d'influence sur cette technique. La piézospectroscopie permet aussi de renseigner sur les états de contraintes dans la couche d'alumine [FGJ+12]. Cependant, certaines limites pour son utilisation sont son coût et son temps d'acquisition.

5.4.2 Mesures non destructives des fissures générées par LASAT

La plaque de microstructure type C après cyclage thermique contient de nombreuses fissures générées par LASAT, qui sont bien constatées par méthode optique et par piézospectroscopie. Hormis une tache, en bas à gauche sur la première rangée (Fig. 5.32), toutes les décohésions sont repérées sur les deux images.

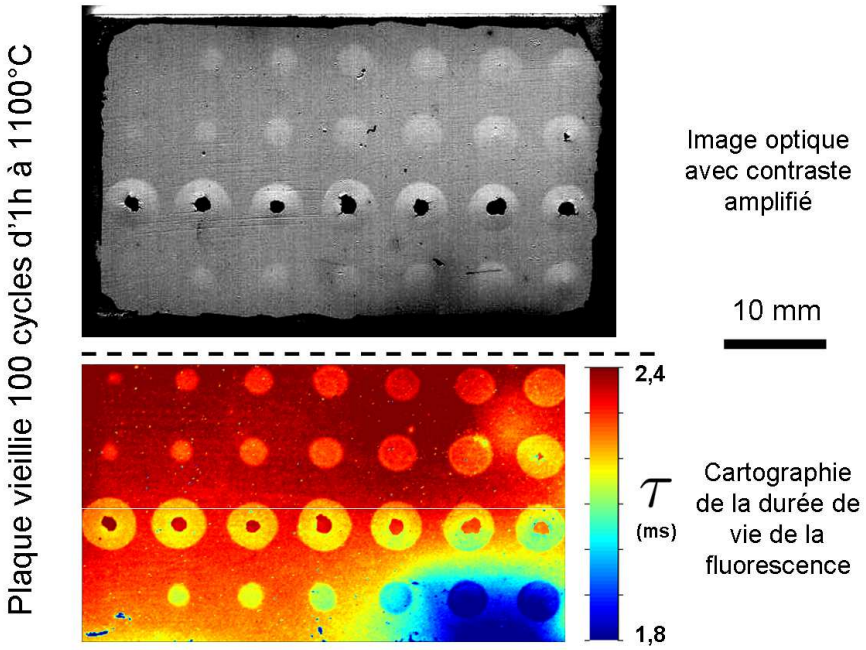


Figure 5.32 – Comparaison des taches blanches par méthode optique en lumière blanche et par piézospectroscopie à partir de la durée de vie de la fluorescence

Cette plaque sert de témoin de comparaison pour la mesure des défauts après chocs laser. Le contraste entre zone choquée et zone non choquée est beaucoup plus élevé pour la piézospectroscopie en durée de vie τ que pour les images optiques en niveaux de gris. Sur ces cartographies, chaque tache est dimensionnée en déterminant la surface réelle et alors le diamètre du cercle équivalent peut être calculé.

La comparaison entre les diamètres des taches mesurés sur les deux cartographies est donnée dans la figure 5.33. Sur l'abscisse est reporté le diamètre obtenu sur les images optiques numérisées et en ordonnée il s'agit du diamètre des zones observées par piézospectroscopie. Les points relevés pour chaque choc sont très proches de la droite de référence.

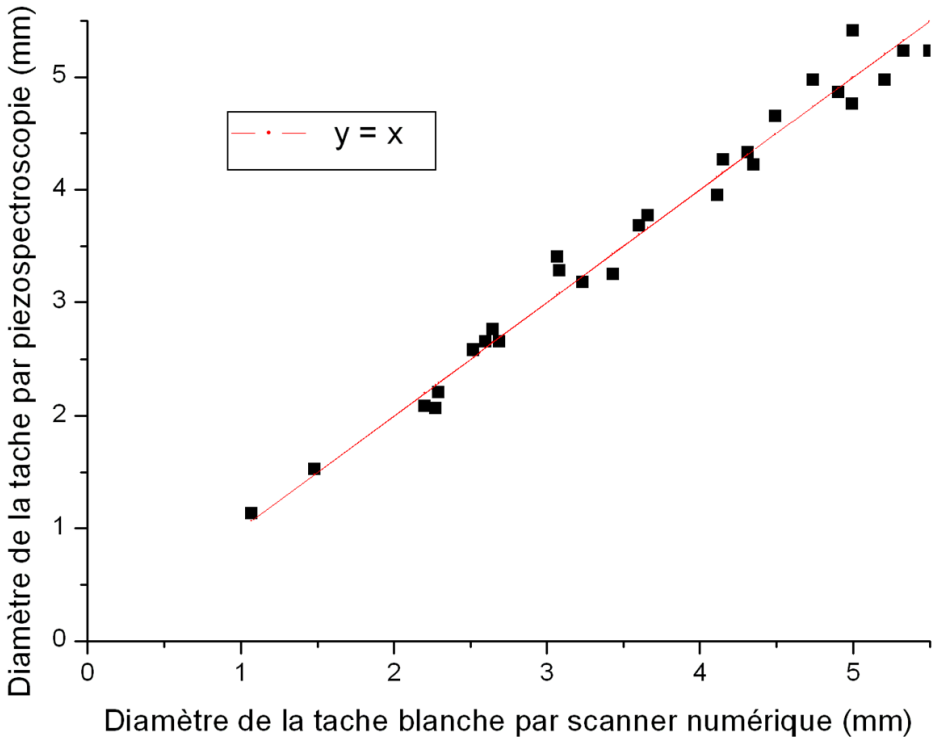


Figure 5.33 – Diamètres des zones circulaires sur les cartographies piézospectroscopiques en fonction du diamètre des taches blanches par numérisation optique

Les deux méthodes présentent des résultats très proches avec des écarts inférieurs à 10% sur le diamètre. Les différences constatées peuvent venir du réglage du contraste dans le cas du scanner optique ou aussi de l'épaisseur de la décohésion en pointe de fissure qui peut être trop faible pour avoir un effet optique. Pour la piézospectroscopie, il est possible que la relaxation des contraintes aille au-delà de la fissure et introduise une différence de mesure. Cependant, la correspondance est jugée bonne et confirme encore le lien entre la tache blanche et la fissuration entre l'alumine et la zircone.

Conclusion

Plusieurs approches se sont révélées intéressantes dans ce chapitre afin de détecter les décohésions après LASAT.

La recherche des déformations de la zircone est possible par lumière rasante, ou avec un profilométre. Cette dernière technologie permet en plus de dimensionner la hauteur du bombé. Les cloques après LASAT ne se produisent pas pour toutes les décohésions. Dans le cas des faibles diamètres de délamination, il n'y a pas de déformation détectée. Cependant, ceci est une approche très simple, pour détecter les grandes fissures interfaciales, et qui ne semble pas influencée par la microstructure de zircone étudiée.

Les contraintes dans un système barrière thermique impactent aussi la couche d'alumine. Il est possible de quantifier la compression à laquelle elle est soumise avec la piézospectroscopie. Les décohésions sont responsables de l'atténuation des contraintes dans la couche d'alumine. Ainsi, les cartographies par piézospectroscopie ont permis de détecter et de dimensionner les diamètres des zones endommagées par LASAT. Cependant, cette technique est longue et nécessite de préférence des revêtements vieillis. En revanche, le type de microstructure de la zircone n'influence pas la lisibilité des cartographies.

Enfin, le comportement optique de la zircone permet, pour les microstructures A, B et C, une propagation de la lumière dans la couche jusqu'à la sous-couche. L'interface optique (alumine+zircone)/sous-couche génère un rendu grisâtre du dépôt. Si la propagation optique est modifiée par l'ajout d'une lame d'air entre l'alumine et la zircone, une intensité plus importante de la lumière est réfléchie. Ceci est responsable du phénomène de la tache blanche. Afin d'optimiser son observation, le contrôle de la stœchiométrie par un traitement thermique est nécessaire. Il est aussi possible d'accroître l'observation des taches blanches en effectuant une sélection spectrale de la lumière recueillie pendant l'acquisition de l'image. En effet, le contraste des taches blanches est plus important aux grandes longueurs d'ondes du visible. Un système d'imagerie dans ces gammes favorise le contraste entre une zone saine et une zone fissurée. Cette nouvelle approche proposée dans cette thèse a fait l'objet d'un brevet [FJGG13]. L'utilisation de la tache blanche est une méthode rapide et qui ne nécessite au final qu'un simple scanner numérique. Cependant, certaines microstructures ne révèlent pas les taches blanches (D et E) car elles ne permettent pas à la lumière de pénétrer jusqu'aux délaminations.

La comparaison des dimensions des défauts détectés par le phénomène des taches blanches et par la piézospectroscopie a validé le lien entre deux méthodes d'observation. La tache blanche traduit bien la taille de la fissure produite par LASAT.

Le comportement optique de la zircone est un atout pour permettre une nouvelle approche de l'essai LASAT. Il est ici possible de dimensionner rapidement les fissures. Ce dimensionnement de la longueur de la fissure autorise l'exploitation bidimensionnelle de l'essai LASAT. Le principe ne consiste plus à simplement rechercher la présence d'une

fissure après le choc laser (LASAT 1D), mais ici il s'agit de dimensionner la fissure et de la relier aux conditions de choc et à l'adhérence. C'est le LASAT-2D.

Chapitre 6

Simulation numérique de l'essai LASAT 2D en face arrière

Sommaire

Introduction

La possibilité de mesurer le diamètre des décohésions après LASAT a été rendu possible par le phénomène de la tache blanche sur les barrières thermiques. Afin d'exploiter ce diamètre, qui semble varier d'un choc à un autre, le code de calcul ABAQUS a été utilisé pour reproduire ces décohésion dans un modèle bidimensionnel.

La modélisation des ondes de choc et de leurs propagations a fortement évolué ces 20 dernières années du fait de l'amélioration des codes de calcul et de l'augmentation des capacités des processeurs. Dans un premier temps, les études numériques se limitaient à des configurations monodimensionnelles (paragraphe 1.2.3.5). Maintenant, cette approche 1D est plus marginale et bien souvent remplacée par des modèles 2D voire 3D (paragraphe 1.2.3.6). Cependant, les diagrammes $X - t$, comme celui présenté en figure 1.31 sont toujours utilisés afin de décrire sur un même schéma, l'historique et la localisation des pressions de l'onde monodimensionnelle. Ils n'en restent pas moins réservés aux configurations géométriques où les effets 2D sont supposés négligeables ($L/d < 0{,}25$).

Jean-Paul Cuq-Lelandais a étudié en détail dans ses travaux [CL10], la propagation des ondes 1D et 2D pour mettre en évidence leurs interactions. Ces études avec le code de calcul RADIOSS, ont porté sur des cibles monocouches et multicouches. Dans le cadre de travaux communs avec le Centre des Matériaux de Mines ParisTech, il a ainsi abordé la modélisation bidimensionnelle d'un choc laser sur une barrière thermique. Même si les lois de comportement appliquées n'étaient pas représentatives des matériaux réels, cette première approche a confirmé les tendances révélées par les expériences préliminaires à cette thèse.

Cette partie a pour but de reprendre la modélisation de l'essai LASAT sur un système industriel de barrière thermique en se rapprochant autant que possible, et nécessaire, du système réel afin de déterminer les contraintes appliquées durant l'essai. Le code de calcul utilisé est ABAQUS, plus répandu que RADIOSS dans le secteur industriel, et dont il a été vérifié que pour notre cas les résultats sont similaires.

Le modèle sera limité à des essais appliqués par la source laser du Centre des Matériaux, dont le choc sera au préalable calibré. Ensuite, le modèle sera mis en place couche par couche en considérant les anisotropies des matériaux, en commençant par le superalliage et en finissant pas la zircone EB-PVD. Si possible, les hypothèses choisies seront validées par comparaison avec les résultats expérimentaux.

Enfin, les résultats des calculs seront approfondis afin de comprendre les mécanismes qui génèrent la rupture des barrières thermiques EB-PVD pendant l'essai LASAT et qui sont à l'origine des courbes LASAT-2D.

6.1 Détermination du profil de choc laser de l'installation du Centre des Matériaux

Le LASAT permet de générer des fissures proches de la couche d'alumine, qui est la zone critique d'une barrière thermique vis-à-vis de l'écaillage. Ces décohésions localisées peuvent être détectées et dimensionnées par différentes méthodes (chapitre 5) destructives ou aussi par des contrôles non destructifs. Après avoir mis en évidence les fissures générées par LASAT, il est nécessaire d'en comprendre l'origine à partir de la propagation des ondes de choc. La modélisation permet dans ce cas, d'identifier les phénomènes mécaniques qui se produisent, d'analyser l'influence des paramètres de choc et au final, d'exploiter les données de sortie, ici le diamètre de rupture de l'interface (paragraphe 1.2.3.6).

La mise en place du modèle numérique nécessite de définir les données initiales, comme l'intensité et le profil temporel et spatial du choc laser, générées à $t = 0$ en face arrière (côté superalliage). Les chocs ont été réalisés sur une nouvelle installation LASAT, disponible au Centre des Matériaux. Cette calibration est donc nécessaire pour les études à venir utilisant cette source laser. La première partie de ce chapitre consiste à déterminer ces données d'entrée par la calibration avec des expériences de choc sur des matériaux dont le comportement mécanique sous choc est connu. Le matériau choisi est l'aluminium à haute pureté ($>$ 99,99%) sous forme de feuillards de 100, 250 ou 500 μm. Ces échantillons ont été choqués avec différentes énergies laser et des diamètres de choc d (3 mm) très supérieurs à leur épaisseur L (rapports L/d de 0,03 à 0,16). Ceci permet de considérer un cas monodimensionnel pour la propagation des ondes de choc [CL10]. Tous les tirs laser pour la calibration ont utilisé un confinement par de l'eau. Pour chaque essai, un relevé temporel par VISAR (partie 2.2.2) de la vitesse de la surface opposée au choc a été réalisé pendant la durée du choc. C'est cette donnée expérimentale sur un matériau témoin qui va servir de référence pour la vérification du modèle numérique et des profils de vitesse correspondants prédits par le calcul.

6.1.1 Profils VISAR sur feuillards en aluminium

Le dispositif VISAR est particulièrement adapté pour détecter des déplacements fins (quelques μm) et brefs (quelques ns). Son principe, décrit dans la partie 2.2.2, permet de mesurer la déformation du feuillard en aluminium en un point de la surface libre, en vis-à-vis de la zone de choc, quand l'onde débouche. Le déplacement de la surface libre au cours du temps dépend de l'intensité maximale et de l'allure du profil temporel du choc laser. Dans les cas des chocs sur feuillards en aluminium, les caractéristiques du faisceau laser et le milieu de confinement de l'interaction laser-matière sont toujours identiques, y compris le diamètre de tache laser. Seule l'énergie déposée varie d'un tir à l'autre afin de constituer une gamme d'essai pour différentes fluences et pour trois

épaisseurs de cible (100, 250 et 500 μm). La sensibilité du dispositif VISAR oblige à travailler avec différentes épaisseurs d'aluminium pour une calibration plus précise et plus robuste. Les feuillards les plus fins (100 μm) ont servi plutôt pour les faibles énergies laser (jusqu'à 2 GW/cm^2), tandis que pour les deux plus épais, 250 et 500 μm, de plus fortes énergies furent appliquées. Cependant, le cas idéal reste l'aluminium fin, car l'atténuation hydrodynamique (partie 1.2.3.3) est limitée. Trois relevés VISAR caractéristiques obtenus sur trois feuillards d'épaisseurs différentes sont reproduits dans la figure 6.1.

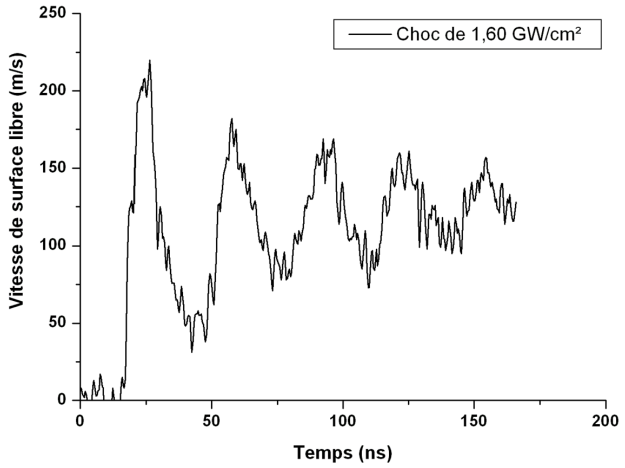
Ces relevés appartiennent à une base de données beaucoup plus complète recueillie pour des fluences laser jusqu'à 6 GW/cm^2 sur les trois épaisseurs d'aluminium. Pour une épaisseur donnée, les pics débouchent toujours aux mêmes instants, à quelques nanosecondes près. De même, il apparait bien qu'une augmentation de la fluence entraine une augmentation de la vitesse de surface libre au premier débouché, en accord avec la propagation des ondes de choc. De surcroît, pour une même fluence laser et pour deux épaisseurs différentes de cible, l'épaisseur la plus fine conduit bien à des vitesses plus élevées car l'atténuation de l'onde de choc est moins prononcée. Pour des épaisseurs importantes, la différence entre les vitesses de propagation de l'onde de choc dans le domaine des déformations élastiques ou plastiques, est mise en évidence par l'apparition du précurseur élastique (Fig. 6.1(c)) sur le front de choc de l'onde. L'objectif de la calibration est d'obtenir par le modèle numérique, des relevés de vitesse simulée identiques à ceux de la figure 6.1, en paramétrant à la fois l'intensité et l'allure du profil temporel du choc.

6.1.2 Modèle numérique par éléments finis

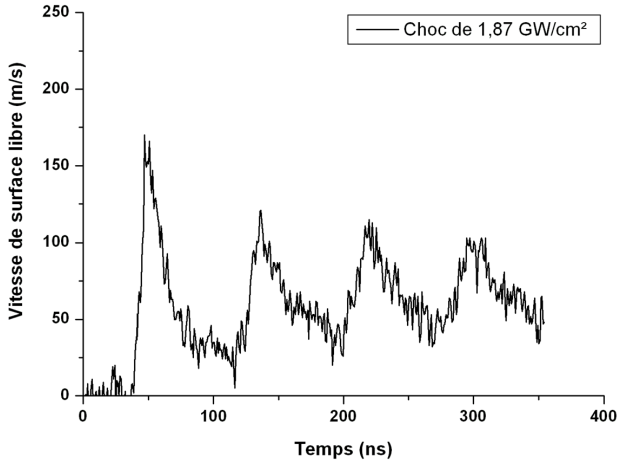
La modélisation numérique a été réalisée avec le logiciel ABAQUS, en mode "Explicit" du fait des grandes vitesses de déformation obtenues par LASAT ($10^5 - 10^7\ s^{-1}$).

Dans ces travaux, les modèles ont tous été réalisés sur des géométries bidimensionnelles car les faibles dimensions des feuillards en aluminium permettent des temps de calcul très courts. Il n'y a donc pas eu d'utilisation de modèle 1D. Cette approche directe en modèle 2D sur de faible rapports L/d (de 0,03 à 0,16 pour les feuillards en aluminium), a permis aussi de préparer la modélisation du système barrière thermique plus épais.

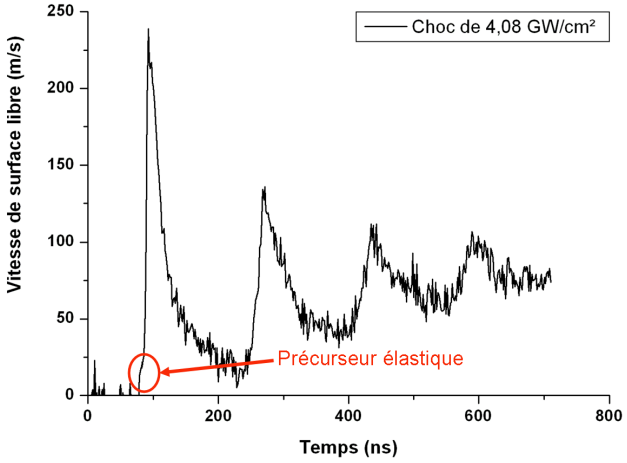
La symétrie axiale (autour de l'axe du faisceau circulaire de choc laser) de l'essai LASAT permet de limiter la taille du calcul par la mise en place d'un modèle axisymétrique bidimensionnel (Fig. 6.2(a)). Le profil de pression du choc est étendu sur un rayon de 1,5 mm et une atténuation est appliquée en périphérie. Même si dans cette partie les effets de bord (partie 1.2.3.6) ne sont pas étudiés, un profil de forme "Top-Hat", c'est-à-dire sans continuité de la pression en bordure de la surface choquée, génère des problèmes de déformation des mailles au niveau de l'extrémité de la zone de choc. C'est pourquoi, il a été fait le choix d'atténuer progressivement la pression en bord de choc selon un profil gaussien. La configuration de choc très monodimensionnelle (rapport $L/d < 0.2$), fait que



(a) Choc laser de 1,60 GW/cm^2 sur feuillard Al de 100 μm

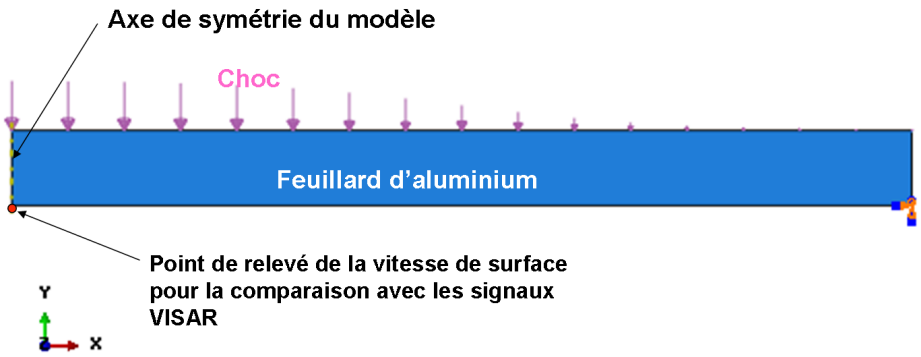


(b) Choc laser de 1,87 GW/cm^2 sur feuillard Al de 250 μm



(c) Choc laser de 4,08 GW/cm^2 sur feuillard Al de 500 μm

Figure 6.1 – Relevés VISAR caractéristiques pour trois épaisseurs de feuillard en aluminium



(a) Vue générale du modèle élaboré avec ABAQUS pour les feuillards en aluminium

Géométrie du modèle					
Type	Dimensions		Maillage		
Modèle Axi-symétrique	Hauteur : 0,1 ou 0,25 ou 0,5 mm	largeur : 3 mm	Type : CAX4R	Hauteur : 1 µm	Largeur : 5 µm

Données matériaux pour l'aluminium												
Densité	Equation d'état			Comportement élastique		Comportement plastique (Johnson-Cook) ([CL10] sauf *)						
ρ (g/cm³)	C_0 (km/s)	S	Γ_0	E (GPa)	ν	A* (GPa)	B (GPa)	n	m	T_{fus} (°K)	C	ε_0
2,7	5,386	1,339	2,09	70,4	0,33	0,09	0,426	0,34	1	775	0,015	1
				G (GPa) = 26,47								

(b) Géométrie, maillage et propriétés mécaniques

Figure 6.2 – Données du modèle ABAQUS pour la calibration des profils de vitesse VISAR

ce choix ne va pas affecter la simulation des vitesses de surface libre dans l'axe du choc.

Le nœud sur lequel la vitesse de surface libre est relevée, et comparée aux mesures VISAR, se situe dans l'axe central et à l'opposé du choc. Le maillage utilisé est de type CAX4R. Il a été vérifié par comparaison entre calculs avec des tailles de mailles différentes, que la dimension des mailles, 1 μm suivant l'axe du choc et 5 μm dans la direction transverse à l'épaisseur du feuillard, était suffisamment petite pour ne pas provoquer d'écarts de calcul. En effet, il existe une taille maximale à partir de laquelle, la taille des mailles va influencer le résultat final du calcul [CL10]. Des mailles trop grandes donnent une atténuation trop prononcée de l'onde de choc et minimise les vitesses simulées.

Le comportement mécanique des feuilles en aluminium est supposé isotrope [BOL04], bien que l'élaboration par laminage pour ces épaisseurs peut être source d'anisotropie cristalline et donc mécanique. Les données de propagation de l'onde et le comportement mécanique de l'aluminium soumis au choc laser sont identiques à ceux de la thèse de Jean-Paul Cuq-Lelandais [CL10]. Une modification a été apportée sur le coefficient correspondant à la limite élastique A dans la loi de comportement élasto-plastique de Johnson-Cook. La

valeur proposée dans la littérature [CL10] est de 0,3 GPa. Or cette valeur entraine une surestimation du niveau de contrainte pour le passage du régime de déformation élastique à plastique qui est visible sur le front de choc (précurseur élastique mis en évidence sur la figure 6.1(c)). Parallèlement, cela engendre un écart notable sur le profil de vitesse. Les débouchés des ondes de choc sont décalés par rapport aux mesures VISAR. Une valeur de limite élastique A de 0,09 GPa améliore la concordance entre le calcul et les signaux expérimentaux sur ces deux points (durée entre les débouchés des ondes et hauteur du précurseur élastique). Cette différence significative peut s'expliquer par la nature des feuillards en aluminium, dont la limite élastique peut dépendre drastiquement de la méthode d'élaboration (laminage, traitements thermiques) et de la teneur en impuretés.

6.1.3 Calibration du profil temporel de pression incidente

À partir d'un profil temporel de choc connu pour une source existante (source laser LASAT du PIMM), des modifications empiriques sur l'allure sont apportées par des essais successifs en comparant la vitesse de la surface libre prédite par le modèle, à celle d'un relevé expérimental par VISAR. Le profil calibré obtenu est présenté dans la figure 6.3. Il est ici normalisé en pression ($f(t) = P/P_{max}$).

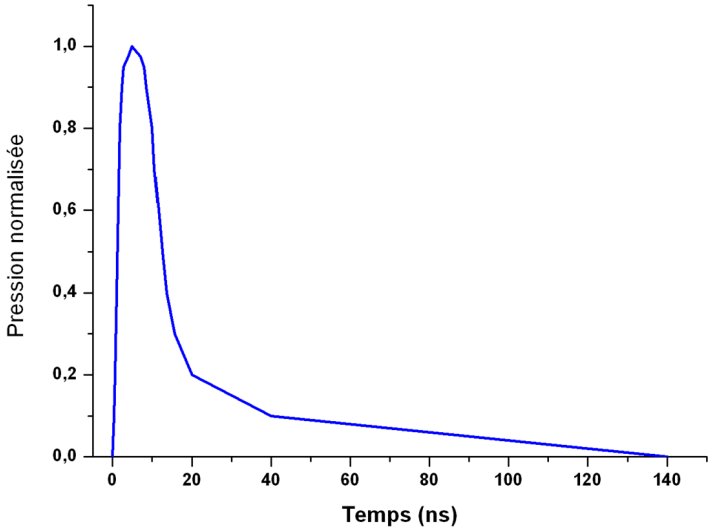


Figure 6.3 – Profil temporel de pression incidente normalisée

La durée de l'impulsion mesurée de choc à mi-hauteur est de 11,3 ns. La durée d'impulsion de la source du LASAT au Centre des Matériaux est de 5,2 ns. L'allongement de cette durée caractéristique du choc est dû à l'interaction laser-matière mais aussi et surtout, au confinement par l'eau [SOL02].

6.1.4 Calibration de la pression incidente en fonction de la fluence laser

Maintenant que l'évolution dans le temps de la pression de choc est vérifiée, il faut déterminer la relation entre l'énergie laser appliquée et la pression correspondante générée à la surface du métal. La valeur maximale appliquée sur le profil temporel de pression dans le code de calcul ABAQUS est paramétrée. L'objectif est d'obtenir les pics de vitesse calculés aussi intenses et positionnés de manière identique à ceux des signaux expérimentaux (Fig. 6.3). Sur la figure 6.4, les relevés expérimentaux et numériques correspondants sont superposés, permettant ainsi d'établir la relation entre la pression en GPa appliquée dans le calcul pour une densité de puissance laser en GW/cm^2 appliquée expérimentalement.

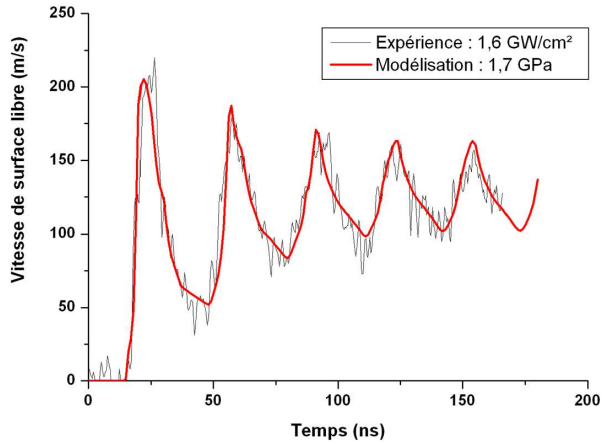
Dans le cas des feuillards les plus fins (Fig. 6.4(a)), la correspondance est avérée avec par une bonne superposition. La modélisation reproduit parfaitement l'intensité et la localisation des pics de vitesse, leur croissance et décroissance. Pour les autres épaisseurs, des écarts entre profils expérimentaux et calculés sont constatés, en particulier à partir du second pic légèrement atténué. Dans le cas des feuillards de 500 μm (Fig. 6.4(c)), entre le troisième et le quatrième pic, un dôme apparait. Par la suite, il sera démontré via la modélisation 2D, qu'il provient des "effets de bord" déjà mis en évidence dans de précédents travaux [CL10] [ARR04] [BOL04] [GUE10].

En répétant ces comparaisons pour calibrer la pression incidente à paramétrer dans le code de calcul à partir de la fluence, la relation "pression incidente = f(densité de puissance laser)" est établie. La figure 6.5 présente les valeurs obtenues et la relation déduite par régression linéaire.

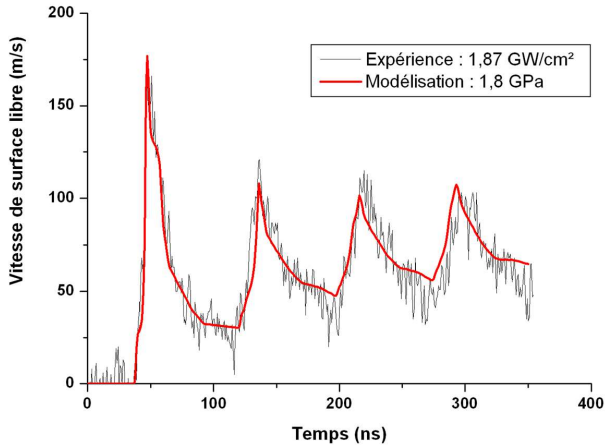
Par régression linéaire, l'équation obtenue est :

$$P(GPa) = 0{,}48 + 0{,}67 \times F(GW/cm^2) \tag{6.1}$$

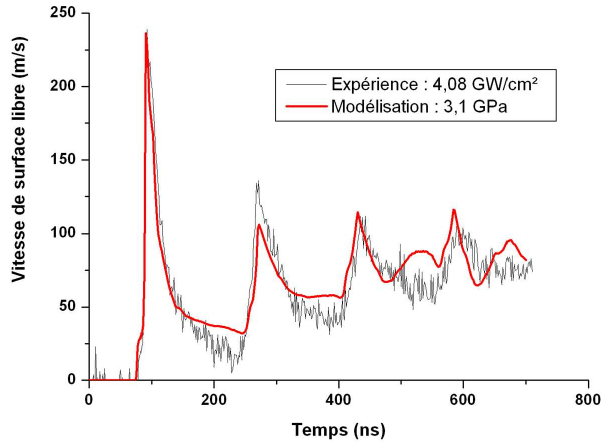
Le coefficient de corrélation R^2 est de 0,97. Il est intéressant de noter qu'aux faibles flux, proches de 1 GW/cm^2, il apparait un infléchissement de la courbe. En effet, autour de 1 GW/cm^2, il y a un changement de mécanisme d'absorption de l'énergie laser. En dessous de cette fluence, l'énergie laser est directement absorbée par la cible métallique, donc la réflexion du laser est relativement élevée car liée à la cible (métal et état de surface) et à la longueur d'onde de la source. Pour des fluences supérieures à 1 GW/cm^2, l'absorption se produit dans le plasma dont la réflectivité est plus faible [SOL02]. Dans la suite des travaux, l'équation précédemment déterminée par régression linéaire sera appliquée même pour des valeurs proches ou en dessous de 1 GW/cm^2.



(a) Feuillard Al de 100 μm



(b) Feuillard Al de 250 μm



(c) Feuillard Al de 500 μm

Figure 6.4 – Comparaison entre les relevés expérimentaux VISAR et calculés par le modèle ABAQUS.

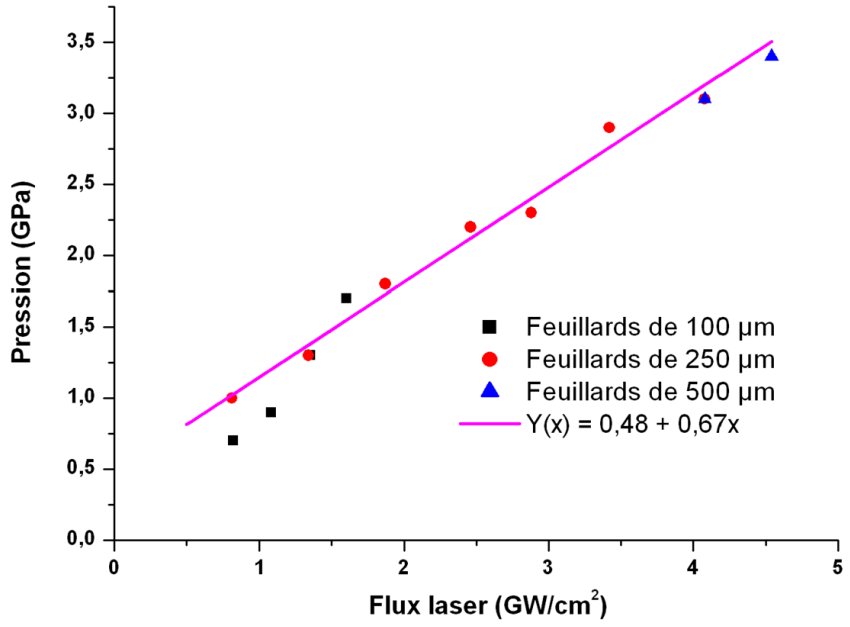


Figure 6.5 – Pression de choc avec confinement à l'eau en fonction de la densité de puissance laser (source laser du LASAT du CdM).

6.2 Modèle numérique du LASAT-2D sur barrière thermique EB-PVD

Le paragraphe précédent a défini le profil temporel de choc et la pression appliquée par la source laser LASAT du Centre des Matériaux. En supposant que l'interaction laser-matière avec un confinement par l'eau est similaire pour l'AM1, ces données d'entrée vont être appliquées sur un modèle tricouche représentant un système barrière thermique. La mise en place du modèle va se faire couche par couche. Pour chaque épaisseur du système, la géométrie sera décrite ainsi que les lois de comportement mécanique appliquées. Ensuite, par comparaison avec les relevés expérimentaux VISAR, comme cela a été précédemment fait pour les feuillards d'aluminium, la qualité du modèle sera évaluée.

6.2.1 Le substrat en AM1

Les tirs de calibration sur feuillards en aluminium étaient considérés comme des chocs monodimensionnels ($L/d < 0{,}25$ [CL10]), car le diamètre du spot laser (3 mm) était très supérieur à l'épaisseur de la cible (0,1 à 0,5 mm), d'où des rapports L/d de 0,03 à 0,16. Cependant, dans le cadre des épaisseurs de 0,5 mm, il est déjà observé, sur le modèle numérique, l'impact des effets bidimensionnels qui produisent un débouché d'une onde supplémentaire entre les pics n°3 et n°4 (Fig. 6.4(c)) sous forme d'une dôme.

Ces ondes bidimensionnelles sont le résultat des "effets de bord" (paragraphe 1.2.3.6). Dans le cas des faibles épaisseurs de cible, comme les feuillards en aluminium, ces ondes

n'ont pas le temps de se révéler (Fig. 1.35). Dans cette partie, l'épaisseur L du système barrière thermique est nettement plus importante ($\approx$ 2,4 mm) et approche le diamètre d du spot laser de choc (3 mm), d'où un rapport $L/d \approx$ 0,7. Le système ne peut donc plus être considéré comme monodimensionnel. Il est alors important de considérer dans le modèle numérique les phénomènes qui interviennent aux limites de la zone de choc. Deux points sont essentiels : Le profil spatial du choc laser qui va influencer la formation des ondes générées par l'effet de bord ; Et comme ces ondes sont sphériques et se propagent aussi dans la direction transverse à l'épaisseur de la cible, le comportement mécanique des couches doit être considéré et connu dans l'ensemble des directions pour les matériaux anisotropes.

6.2.1.1 Comportement mécanique anisotrope de l'AM1

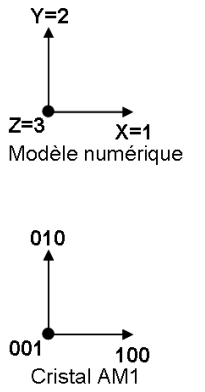
La première couche considérée pour la propagation des ondes de choc est le superalliage AM1. Une simplification est faite en allouant les mêmes propriétés à la sous-couche $(Ni,Pt)Al$ que celles de la couche d'AM1. Les relevés de vitesse VISAR confortent cette hypothèse. En effet, si le comportement mécanique de la sous-couche avait une influence significative sur la propagation des ondes de choc, des réflexions de l'onde seraient visibles sur les relevés VISAR issus de chocs opérés sur (AM1 + sous-couche). Or, les tirs sur ces cibles ne présentent pas d'allers et retours d'ondes autres que l'onde principale (Fig. 6.10). Ceci va dans le sens que l'ensemble AM1 + Sous-couche $(Ni,Pt)Al$ peut être considéré en première analyse comme une seule couche.

Le comportement mécanique utilisé dans le calcul prend en compte l'anisotropie de l'AM1. Tous les échantillons de géométrie "pion" de la thèse possèdent une orientation <100> dans la direction de l'épaisseur. Ceci provient de la réalisation des barreaux d'AM1, orientés dans le sens de la solidification dirigée, dans lesquels les pions sont prélevés. La figure 6.6 présente la matrice de raideur utilisée dans le code de calcul. Elle correspond à l'AM1, dans le repère cubique du cristal de l'alliage. Le comportement mécanique est supposé purement élastique. En effet, même si la limite élastique de l'AM1 est de l'ordre d'un GPa, et que les chocs appliqués dépassent cette valeur, les signaux VISAR (Fig. 6.10) ne mettent pas en évidence de transition élastique-plastique. En effet, aucun précurseur élastique ne ressort dans les relevés VISAR sur l'AM1, contrairement aux cas sur feuillards en aluminium (Fig. 6.1(c)). Une explication vient du fait qu'aux fortes vitesses de déformation, la limite élastique des matériaux est fortement augmentée. Par exemple, le tantale possède une limite d'élasticité de 180 MPa pour des sollicitations quasi-statiques, et de 890 MPa sous des chocs obtenus avec des sources laser nanosecondes [CL10].

Comme pour les feuillards en aluminium, le modèle numérique est axisymétrique. Le profil de pression de choc laser est appliqué en surface sur un diamètre de 3 mm. La figure 6.7 présente les informations géométriques du modèle pour le superalliage.

$$R = \begin{pmatrix} C_{1111} & C_{1122} & C_{1122} & 0 & 0 & 0 \\ & C_{1111} & C_{1122} & 0 & 0 & 0 \\ & & C_{1111} & 0 & 0 & 0 \\ & & & C_{1212} & 0 & 0 \\ & \text{Sym.} & & & C_{1212} & 0 \\ & & & & & C_{1212} \end{pmatrix}$$

C_{1111}	294,83
C_{1122}	203,22
C_{1212}	124,3



Repères confondus

Figure 6.6 – Matrice de raideur utilisée pour modéliser l'alliage AM1

Géométrie du modèle					
Type	Dimensions		Maillage		
Modèle Axi-symétrique	Hauteur : Suivant les cas	largeur : 5 mm	Type : CAX4R	Hauteur : 1 µm	Largeur : 20 µm

Figure 6.7 – Géométrie du modèle utilisé pour le substrat AM1

6.2.1.2 Calibration du profil spatial de choc par les effets 2D

Au comportement mécanique du superalliage AM1, il faut tenir compte également de l'allure du profil spatial de choc appliqué à la surface de la cible. Ces deux points, l'anisotropie de l'AM1 et le profil spatial du choc laser, vont influencer l'intensité et la vitesse de propagation des ondes sphériques produites par les effets de bord. Arbitrairement, une forme mathématique de type sigmoïde a été choisie sur ABAQUS dont l'écriture paramétrique est la suivante :

$$P(X,\lambda,R) = 1 - \frac{1}{1 + \exp(-\lambda \times (X - R))} \tag{6.2}$$

Avec :

- X = distance à l'axe du choc,
- λ = coefficient de gain de la sigmoïde,
- et R = rayon de la tache laser sur la cible. Ce rayon de choc appliqué est égal à la taille du spot laser.

Les premiers essais de simulation avec une fonction sigmoïde de pente élevée, c'est-à-dire proche d'un profil de type "top-hat", ont montré que les singularités des profils de vitesse calculés et associés aux effets 2D sont bien plus intenses que ceux mesurés par VISAR. C'est pourquoi, une étude paramétrique du coefficient λ est menée afin de choisir la valeur la plus représentative des profils expérimentaux. La figure 6.8 illustre l'influence de λ sur le profil spatial de pression appliqué à la surface de l'AM1 pour trois valeurs $\lambda = 3$, 5 et 15.

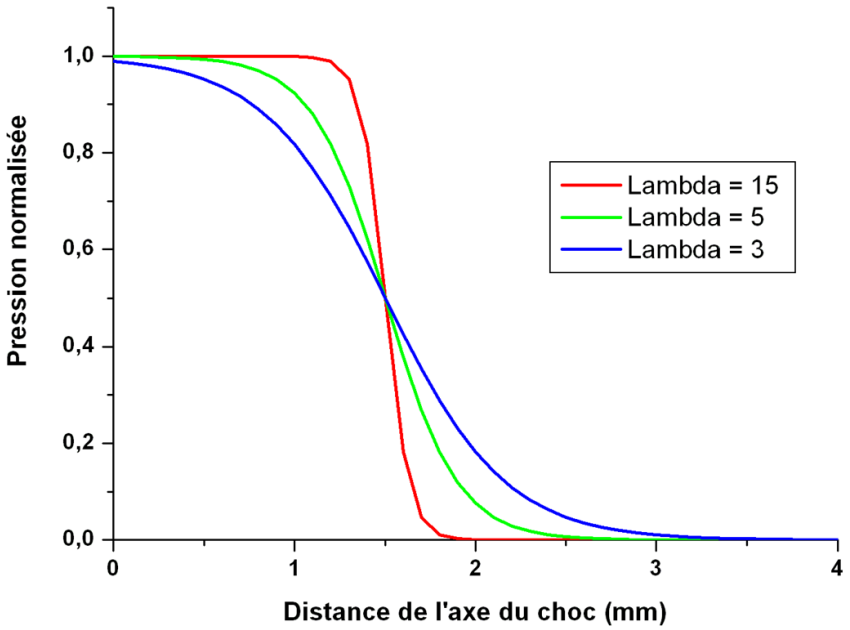


Figure 6.8 – Profil de distribution spatiale de la pression de choc normalisée pour différentes valeurs de λ (diamètre laser = 3 mm)

Les trois profils de vitesse calculés pour les trois valeurs λ sélectionnées pour la fonction sigmoïde (Fig. 6.8), sont superposés sur la figure 6.9 avec le relevé VISAR expérimental correspondant. Le profil temporel de pression de choc et la pression maximale de choc en fonction de la fluence laser appliquée sont ceux établis dans la partie précédente pour l'aluminium.

Les effets de bord sont responsables d'une poche de contrainte en traction dans l'axe du choc à l'aller de la propagation (Fig. 1.35). Cette zone de contrainte suit le front de choc en

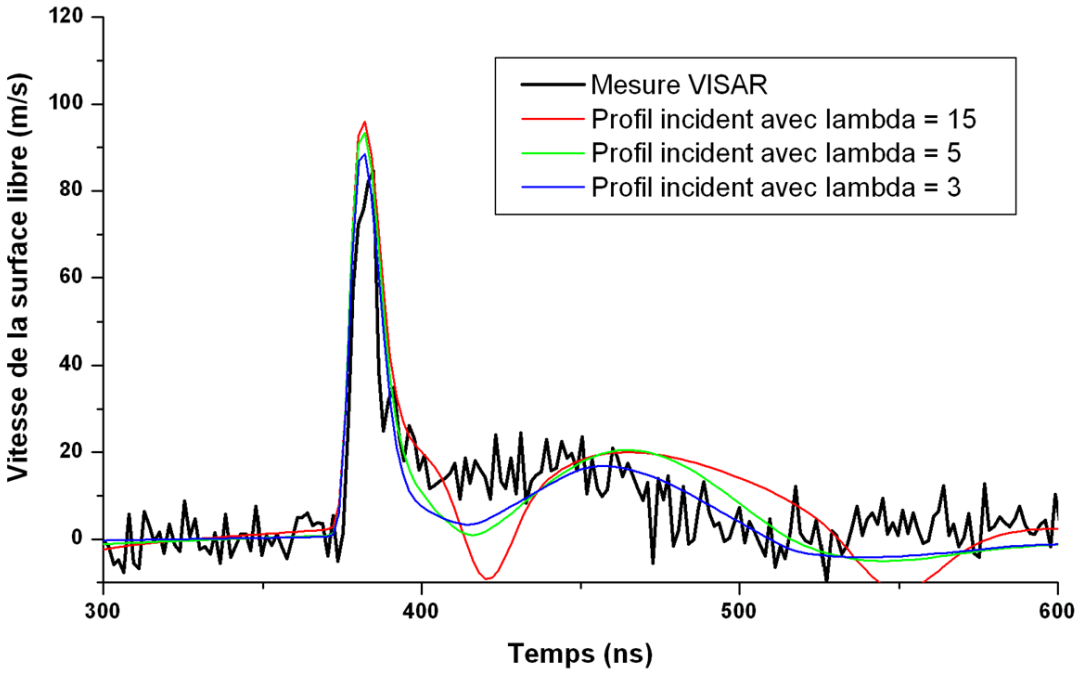


Figure 6.9 – Comparaison des profils de vitesses de la surface libre obtenues par modélisation numérique pour différents λ avec l'expérience par interférométrie VISAR ; cible en AM1 d'épaisseur 2 mm, diamètre du choc 3 mm

compression, et s'en rapproche de plus en plus au fur et à mesure de la propagation. L'onde monodimensionnelle débouche à la surface libre et génère sa mise en mouvement, d'où un important pic de vitesse mesuré par VISAR. Ensuite, débouche la poche de traction 2D axiale. Cette dernière est responsable de modifications du relevé VISAR par rapport à une configuration monodimensionnelle (rapport $L/d < 0{,}25$). Dans le cas présenté, L/d vaut 0,66, ce qui signifie un cas bidimensionnel, et se révèle sur les mesures VISAR avec des fluctuations directement après le débouché de l'onde monodimensionnelle. Ces variations, qui proviennent donc des ondes semi-circulaires, sont représentatives des effets de bord sur l'axe central. Pour être représentatif de ces phénomènes 2D, le modèle numérique doit donc reproduire non seulement les principaux pics de vitesse de surface libre, mais aussi les débouchés secondaires visibles juste après.

Pour une valeur de $\lambda = 15$ dans le calcul, il apparait qu'après le débouché de l'onde 1D (pic principal), le débouché de l'onde 2D axiale entraine un passage dans les vitesses négatives, avec un extrême autour de $t = 420$ ns. Ce relevé de vitesse obtenu par calcul, n'est pas représentatif de la mesure expérimentale par VISAR. Il apparait que cette valeur de $\lambda = 15$ surestime la contrainte associée à la poche de traction axiale incidente que forment les ondes circulaires.

Pour un $\lambda = 3$, le calcul semble le plus en accord même s'il conduit toujours à une chute plus importante de la vitesse par rapport au relevé expérimental.

Pour relativiser la comparaison et étoffer la discussion, certaines différences sont à

attribuer plus au système VISAR. La mise en place de la mesure VISAR n'assure pas le positionnement du point de mesure parfaitement dans l'axe du choc. Or, c'est exactement en ce point que la surintensité est maximale, en partie à cause de la symétrie axiale du système qui génère un croisement des ondes semi-circulaires dans l'axe. Si le laser du faisceau VISAR est légèrement désaxé par rapport à l'axe du choc, la mesure des ondes 2D sera sous-estimée. Pour améliorer les mesures, l'utilisation d'un VISAR multipoints serait à envisager.

Le profil spatial de la pression incidente étant choisi avec $\lambda = 3$, une dernière étape de la simulation consiste à vérifier le modèle appliqué sur l'AM1 avec la sous-couche, en considérant la calibration (pression incidente = f(densité de puissance laser)) sur l'aluminium (Fig. 6.5). Un relevé expérimental VISAR réalisé sur un pion AM1, dont le cristal est orienté <100> selon l'épaisseur, et la sous-couche présente sur la surface libre, sert de référence. Les données du modèle numérique comprennent l'épaisseur du pion (2,2 mm), le diamètre du choc (3 mm), le profil temporel de choc et le profil spatial sigmoïdal avec $\lambda = 3$.

La figure 6.10 compare le résultat de la modélisation numérique et du relevé par VISAR pour un cas faisant apparaitre les effets 2D. L'intensité du premier débouché (pics notés $A1$ et $B1$) est légèrement surestimée par la modélisation. En revanche, l'atténuation (seconds pics $A1'$ et $B1'$) est bien reproduite entre le premier pic et le second, relatifs au premier et au second débouchés de l'onde principale. Ce résultat est encourageant car il atteste bien du phénomène d'atténuation de l'onde par le modèle numérique. Cette atténuation était déjà bien reproduite dans la modélisation sur feuillards en aluminium, pour lesquels une équation d'état a été renseignée dans le calcul. Pour l'AM1, l'approximation acoustique apparait suffisante.

Les débouchés des effets 2D modélisés ($A2$, $A3$, $A2'$ et $A3'$), qui sont positionnés juste après les pics positifs de vitesse ($A1$ et $A1'$), sont légèrement supérieurs en intensité, donc faiblement plus négatifs, que sur le profil VISAR référence ($B2$, $B3$, $B2'$ et $B3'$). Il semble donc que le modèle numérique surestime légèrement, mais de façon raisonnable, l'intensité des ondes 2D, comme cela a été observé sur la figure 6.9.

Après les intenses pics positifs de vitesse ($A1$ et $B1$), il ressort deux pics négatifs de vitesse, notés $A2$ et $A3$ sur la modélisation et, $B2$ et $B3$ sur le relevé expérimental. Le premier est adjacent au pic associé à l'onde 1D principale ($A1$ et $B1$), le deuxième apparait un peu plus tard. La distinction n'est pas aisée pour le premier débouché de ces ondes. Cependant, aux seconds débouchés ces mêmes pics sont clairement séparés ($A2'$ et $A3'$ sur la modélisation et, $B2'$ et $B3'$ sur l'expérimental). Une explication de ces doubles pics est la dissociation de la poche de traction 2D axiale. En effet, cette poche est le résultat de la superposition des ondes se propageant dans le plan transverse à l'épaisseur du pion. D'un point de vue cristallographique, ce plan contient les orientations <100> et <110>. Or le comportement mécanique dans cette deuxième direction <110> conduit

à une dissymétrie de la vitesse de propagation selon la direction . Ainsi, bien qu'aux premiers instants de la propagation, il semble n'y avoir qu'une seule poche de traction derrière l'onde principale de compression, plus la distance de propagation s'accroit, plus l'orientation du cristal génère une séparation en deux poches distinctes. Cela explique le dédoublement du pic positif de vitesse détecté expérimentalement par VISAR et reproduit aussi par le calcul. Il s'agit d'un effet lié à l'anisotropie du métal qui se superpose aux effets de bord et met en évidence la nécessité de considérer le comportement mécanique tridimensionnel d'un matériau pour l'étude de la propagation des ondes de choc. Dans le cas présent, un décalage entre les pics est mis en évidence sur le calcul et sur les relevés par VISAR, traduisant un léger désaccord entre le modèle et l'expérience.

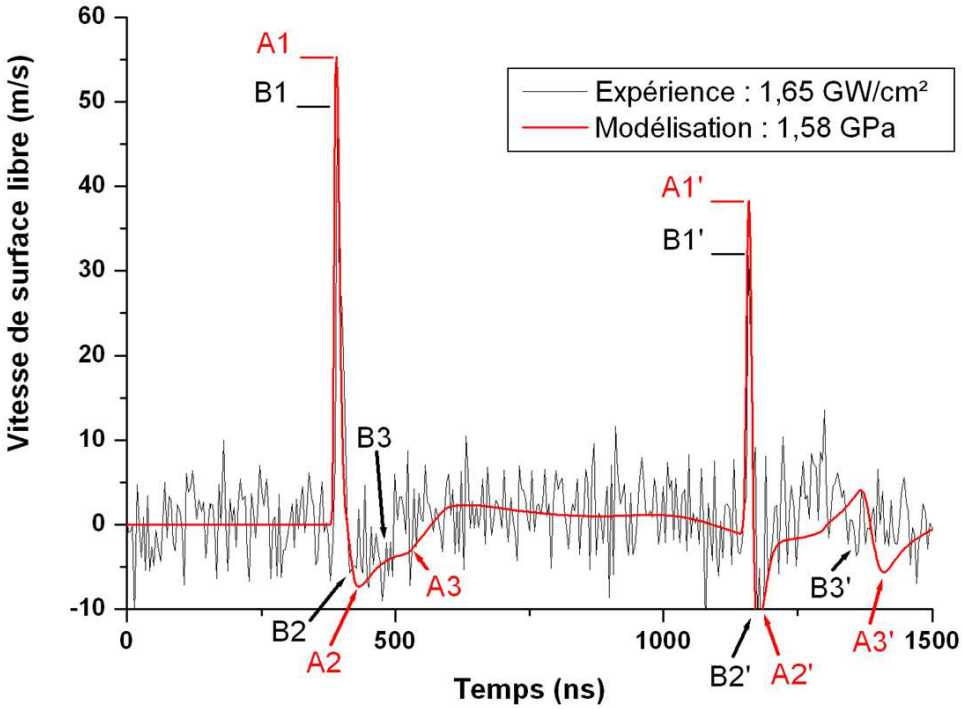


Figure 6.10 – Comparaison des vitesses de la surface libre obtenues par modélisation numérique et par mesure VISAR sur pion en AM1 revêtu de sous-couche ($L/d = 0{,}66$)

6.2.2 La couche intermédiaire en alumine

La sous-couche de $(Ni,Pt)Al$ étant comprise avec l'AM1 dans le modèle, la deuxième épaisseur à considérer est l'alumine. Comme hypothèse simplificatrice, l'épaisseur de celle-ci est considérée constante et égale à 1 μm, y compris en cas d'essai LASAT sur barrière thermique vieillie par cyclage thermique. Il en est de même pour ses propriétés mécaniques introduites dans le modèle. La liaison avec le superalliage est supposée parfaite en utilisant une fonction type "Tie" dans le module "Assembly" sur ABAQUS. La figure 6.11 reprend les caractéristiques de la couche d'alumine dans le modèle numérique et les données matériaux utilisées [BIC98].

Géométrie de la couche d'alumine					
Type	Dimensions		Maillage		
Modèle Axi-symétrique	Hauteur : 0,001 mm	largeur : 5 mm	Type : CAX4R	Hauteur : 1 µm	Largeur : 20 µm

Données matériaux pour l'alumine			
Densité	Comportement élastique isotrope		Pas de comportement plastique
ρ (g/cm³)	E (GPa)	v	
3,97	400	0,24	
	G (GPa) = 161,29		

Figure 6.11 – Paramètres de la couche d'alumine pour le modèle numérique

6.2.3 La couche supérieure en zircone

Tout comme pour la liaison entre la couche en AM1 et la couche en alumine, la liaison entre l'alumine et la zircone est considérée parfaite. Le module utilisé dans ABAQUS est "Tie".

La couche de zircone est la plus complexe à modéliser. Dans la bibliographie, les études qui doivent aborder l'aspect mécanique de cette céramique appliquée par EB-PVD utilisent des approches très diverses [CHS+04] [FRA09] [EMH+01] [GK06] [KXE02] [TER06]. La nature colonnaire de la microstructure est responsable de cette difficulté.

À l'échelle de la colonne, la zircone dispose d'une porosité intracolonnaire et d'une structure en sapin. La porosité limite le modèle mécanique qui suppose la zircone dense. Or, la porosité accentue l'atténuation et l'étalement des ondes de choc et réduit leur vitesse de propagation [ARR04] [BOL04].

Si le dépôt est observé dans son ensemble, la structure colonnaire est identifiée (Fig. 3.7). Ces colonnes génèrent de fortes différences sur le comportement mécanique du revêtement, entre les directions transverses et normales au revêtement. Pour cela, la zircone est considérée anisotrope.

En affinant l'échelle d'observation des colonnes, il peut être envisagé une évolution de cette anisotropie en fonction de la hauteur par rapport à la couche d'alumine. En effet, la base des colonnes est plus dense que le sommet (Fig. 3.7).

Enfin, au cours des cycles thermiques, les colonnes créent des liaisons entres elles (frittage)(partie 4.2.1) qui sont responsables d'un changement des propriétés mécaniques avec le nombre de cycles thermiques subis.

Toutes ces observations sur la microstructure des revêtements de zircone conduisent à la diversité d'approches qui peuvent être rencontrées dans la bibliographie.

Dans cette étude, il est fait les hypothèses suivantes :

- Prise en compte de l'anisotropie du comportement mécanique provoquée par la structure colonnaire

– Propriétés mécaniques identiques de la base au sommet des colonnes
– Pas de modification des propriétés mécaniques par le cyclage thermique

Le modèle déployé ici est basé sur l'approche employée par Julien Frachon dans ses travaux de thèse [FRA09] sur le vieillissement thermique des barrière thermiques EB-PVD. Dans le modèle numérique, la direction 2 correspond à la direction des colonnes (Fig. 6.12), perpendiculaire à la surface du métal de base. Les propriétés mécaniques de la zircone sont identiques dans le plan du dépôt (directions 1 et 3). Donc la matrice de souplesse S s'écrit :

$$S = \begin{pmatrix} 1/E_1 & -\nu_{21}/E_2 & -\nu_1/E_1 & 0 & 0 & 0 \\ -\nu_{12}/E_1 & 1/E_2 & -\nu_{12}/E_1 & 0 & 0 & 0 \\ -\nu_1/E_1 & -\nu_{21}/E_2 & 1/E_1 & 0 & 0 & 0 \\ & & & 1/G_2 & 0 & 0 \\ & \text{Sym.} & & & 1/G_1 & 0 \\ & & & & & 1/G_2 \end{pmatrix}$$

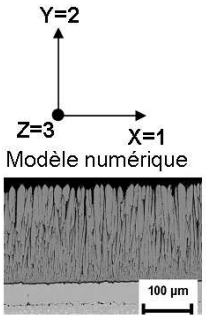


Figure 6.12 – Matrice de souplesse S de la zircone EB-PVD

Avec $E_1 = E_3$, $\nu_1 = \nu_{31} = \nu_{13}$ et $G_1 = G_3 = E_1/(2(1+\nu_1))$

Géométrie de la couche de zircone					
Type	Dimensions		Maillage		
Modèle Axi-symétrique	Hauteur : 0,170 mm	largeur : 5 mm	Type : CAX4R	Hauteur : 1 µm	Largeur : 20 µm

Données matériaux pour la zircone

Masse Volumique	Comportement élastique anisotrope
5,7 g/cm³	

$$R = \begin{pmatrix} C_{1111} & C_{1122} & C_{1133} & 0 & 0 & 0 \\ & C_{2222} & C_{2233} & 0 & 0 & 0 \\ & & C_{3333} & 0 & 0 & 0 \\ & & & C_{2323} & 0 & 0 \\ & \text{Sym.} & & & C_{1313} & 0 \\ & & & & & C_{1212} \end{pmatrix}$$

C_{2323}	68,18
C_{1313}	22,72
C_{1212}	68,18

C_{1111}	52,49
C_{2222}	160,71
C_{3333}	52,49
C_{1122}	17,86
C_{1133}	7,03
C_{2233}	17,86

Avec la direction 2 dans le sens des colonnes de la microstructure EB-PVD de la zircone

Figure 6.13 – Résumé des paramètres de la couche de zircone EB-PVD pour le modèle numérique

Dans le plan du revêtement, le module de Young E_1 est pris à 50 GPa et le coefficient de Poisson ν_1 de 0,1 [CJGB98]. Dans la direction parallèle à l'orientation des colonnes,

E_2 est pris à 150 GPa. L'hypothèse est faite que $\nu_{21} = \nu_1$ [FRA09]. Par symétrie de la matrice, ν_{12} est calculé égal à 0,3. Enfin $G_2 = (E_2/E_1)G_1$ [BQ06].

En inversant la matrice de souplesse et en intégrant les relations précédentes, la matrice de raideur R de la couche de zircone est ainsi posée (Fig. 6.13). Les données géométriques y sont aussi renseignées.

6.3 Modélisation de la fissuration

Le modèle numérique du LASAT-2D appliqué au système barrière thermique par EB-PVD est résumé dans la figure 6.14. Les dimensions et les paramètres du calcul appliqué à chaque couche ont été détaillés dans la partie précédente. Comme cela est visible sur le détail de l'interface dans la figure 6.14, la résolution du maillage est différente suivant les directions. Selon la même approche que pour les modèles de feuillards en aluminium (partie 6.1.2), il a été vérifié que la longueur dans la direction X, vingt fois supérieure à la hauteur dans la direction Y, n'affectait pas le calcul. Ceci s'explique par le fait que l'intensité des ondes 2D (ondes circulaires), qui se propagent dans le plan (X,Y), est bien inférieure à l'onde principale 1D qui se propage dans la direction Y. Ainsi les vitesses de déformation suivant la direction X du modèle sont plus faibles et permettent un maillage moins résolu spatialement.

Le choc appliqué à la surface de l'AM1 est de type sigmoïde ($\lambda = 3$ dans l'équation 6.2 et la figure 6.8) et de rayon à mi-intensité de 1,5 mm. Cela correspond au diamètre de choc 3 mm généralement appliqué et à un rapport $L/d \approx 0{,}8$ qui traduit le cas 2D. La partie à suivre traite l'historique des contraintes générées dans le système barrière thermique pendant l'essai LASAT. Dans un premier temps, la propagation et la réflexion des ondes vont être étudiées. Puis, l'attention sera portée sur la couche intermédiaire d'alumine, qui est choisie délibérément comme la zone de fissuration, avec un critère de rupture fragile de type "cut-off", en accord avec les observations métallographiques du chapitre 3. L'influence de plusieurs facteurs, soit maitrisés comme les épaisseurs des couches, l'intensité et le diamètre du choc, soit inconnus (orientation cristallographique de l'AM1 et adhérence des systèmes) est abordée grâce à la modélisation numérique. Enfin, la modélisation de la rupture est faite afin de prédire l'endommagement qui est mesuré dans la partie 5. L'objectif est de mettre en place les outils numériques pour l'analyse des résultats LASAT sur barrière thermique à partir de la prédiction de la taille d'une fissure générée par onde de choc.

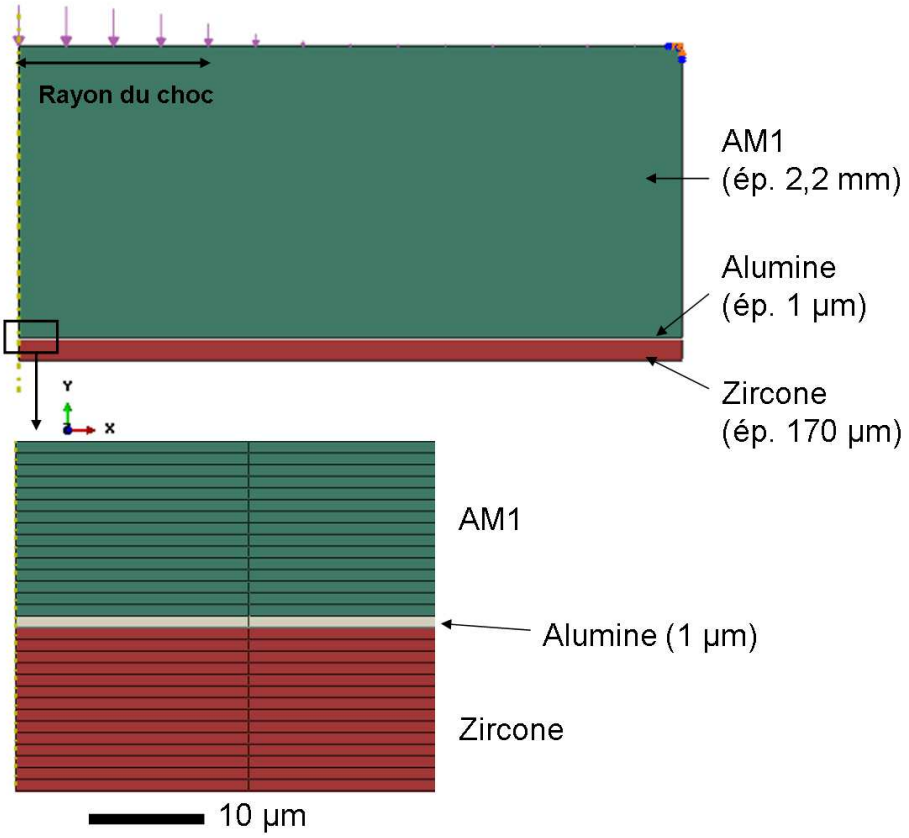


Figure 6.14 – Modèle numérique du système barrière thermique et détail de l'alumine

6.3.1 Identification et chronologie des ondes de chocs avec effets 2D sur barrières thermiques

Les ondes de choc associées aux effets 1D et 2D et qui se propagent dans une cible massive ont été décrites dans le paragraphe 1.2.3.6. Trois types d'ondes peuvent être isolés. Elles sont plus ou moins prononcées selon l'historique de propagation et la configuration (rapport L/d), de l'essai. Une onde principale 1D planaire, en compression, qui se propage dans la même direction X parallèle à la direction du choc. Et deux ondes semi-circulaires dont les centre sont la bordure du choc. L'onde semi-circulaire qui se propage vers au delà de la périphérie de la zone du choc est en compression, celle se propageant à l'intérieur et vers l'axe du choc est en traction.

La chronologie de la propagation de ces ondes et de leur recouvrement en pression va dépendre des différentes couches qui seront traversées. La figure 6.15 présente un historique de cartographie des contraintes dans le système barrière thermique au cours du temps. La contrainte affichée est équivalente à la pression au sein du matériau. Par la suite, pour différencier la pression incidente de choc (générée par l'interaction laser-matière à la surface de la cible) de la pression au sein des couches (induite par la propagation des

ondes de choc), le mot "contrainte" est utilisé pour évoquer la force appliquée par les ondes de choc. Du point de vue du calcul, la pression dans le solide s'exprime par la relation suivante :

$$P = \frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{3} \tag{6.3}$$

Aussi, sur les cartographies fournies par le code de calcul, les contraintes de compression sont représentées en rouge, et celles en traction sont en bleu.

Dans le cas de la figure 6.15, le profil incident spatial du choc est volontairement choisi avec un coefficient λ de sigmoïde à 10. Dans le paragraphe 6.2.1.2, il a été défini qu'une valeur de $\lambda = 3$ est plus appropriée et représentative des expériences car sinon les ondes bidimensionnelles sont surestimées. Ici, l'objectif est d'illustrer tous les jeux des ondes, sans s'interroger sur leur intensité mais uniquement sur le signe de la contrainte et sur leur propagation. Alors, le coefficient λ amplifié arbitrairement augmente les niveaux de contrainte dans les ondes semi-circulaires produites par les effets de bord et ainsi les rend plus prononcés.

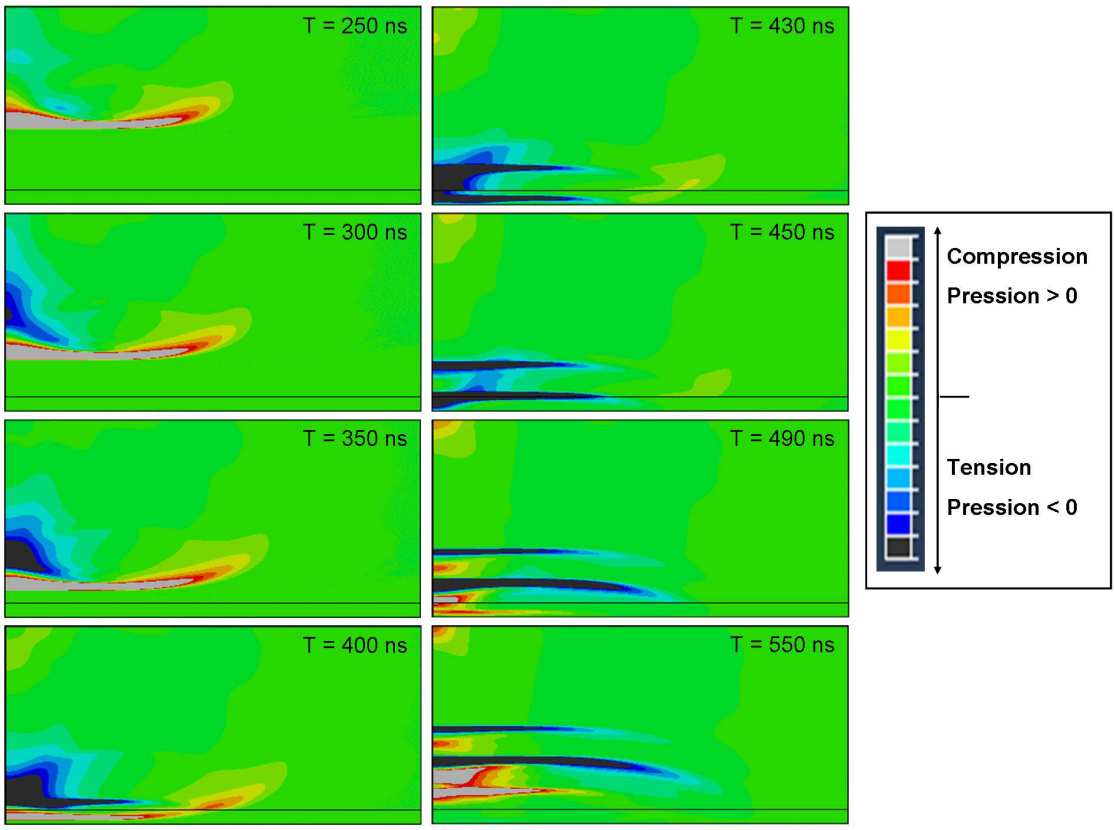


Figure 6.15 – Cartographie des contraintes des ondes de choc ($L/d = 0{,}8$) pour un système barrière thermique, $t = 250$ ns à $t = 550$ ns. Diamètre de choc : 3 mm ; Épaisseurs : AM1= 2,2 mm, alumine= 1 μm, zircone= 170 μm

De 250 à 350 ns, les ondes se propagent dans l'AM1 en direction de la zircone. Les

ondes semi-circulaires 2D prennent le pas sur l'onde plane principale 1D, qui constitue le front de choc.

À $t = 400\ ns$, l'onde principale 1D traverse la fine couche d'alumine et se propage plus en avant, toujours en compression, dans le revêtement de zircone. Une part mineure de cette onde principale est réfléchie à chaque passage dans les deux interfaces. Cette réflexion est identifiable par une onde plane en traction (bleue et noire) qui nait à 400 ns et se situe juste au dessus de l'alumine. Cette onde 1D se propage alors dans la direction opposée à l'onde incidente et se dirige donc vers la surface de choc.

À $t = 430\ ns$, l'onde 1D principale incidente se réfléchit sur la surface libre de la zircone. La réflexion s'accompagne d'une inversion de la contrainte de l'onde qui fait le chemin inverse en mode de traction. Dans l'axe du choc, la poche de traction incidente, qui apparait dès 300 ns et qui est générée par l'onde semi-circulaire 2D est alors au niveau de la couche d'alumine.

Au bout de 450 ns, l'onde plane réfléchie traverse l'alumine et la met en contrainte de traction.

À $t = 490\ ns$, trois ondes dites "planes" sont identifiables. La première est la plus proche de la surface libre du métal. C'est une onde de traction réfléchie qui résulte de la première traversée de l'alumine par l'onde principale 1D incidente. La deuxième est l'onde principale, aussi en traction après sa réflexion sur la surface libre de la zircone et la traversée de celle-ci. La troisième est une onde de compression, résultat de la réflexion de l'onde 1D en traction au passage retour par la zircone vers le superalliage. La traversée de la couche d'alumine, par l'onde plane en traction, entraine une réflexion partielle en une onde de traction aussi, qui va se diriger vers la surface libre de la zircone. Elle s'y réfléchit en une onde de compression, qui est donc la troisième onde plane distinguée sur la figure 6.15, à $t = 490\ ns$.

Il est intéressant de noter que grâce aux ondes 2D semi-circulaires, la zone mise en contrainte de traction s'est étendue latéralement. Ceci est particulièrement observable à $t = 490\ ns$, quand la grande majorité de l'onde de traction plane réfléchie a déjà traversé l'alumine. À l'instant $t = 450\ ns$, l'onde bidimensionnelle incidente en traction passe l'alumine tandis que l'onde principale réfléchie et également en traction traverse aussi l'alumine. Ce croisement de deux ondes en traction sera responsable de sur-contraintes localisées.

La figure 6.15 montre qu'un système multicouche modifie la propagation des ondes car les interfaces donnent naissance à de nouvelles ondes, non négligeables en intensité et dont les phénomènes de réflexion sont dépendants des impédances acoustiques des couches en contact. Aussi, des épaisseurs de chaque couche vont dépendre les zones impactées par le croisement des ondes. Enfin, la prise en compte de l'anisotropie des couches va aussi influencer la propagation des ondes 1D par rapports aux ondes 2D. Chacun de ces points justifie le besoin de mettre en place un modèle représentatif du système barrière thermique.

6.3.2 Contraintes de traction subies par la couche d'alumine

Le paragraphe précédent a permis d'illustrer l'historique du chargement mécanique associé aux ondes de choc qui se propagent pendant l'essai LASAT dans le cas particulier d'un système barrière thermique EB-PVD. Comme la zone de rupture constatée par l'expérience se situe toujours autour de la couche d'alumine, c'est donc le long de la couche d'alumine que les contraintes de traction sont étudiées et exportées. Par la suite, les contraintes présentées dans les graphiques correspondent aux contraintes en traction obtenues par le code de calcul. Les relevés sont effectués sous forme de profils radiaux au sein de la couche d'alumine, en partant de l'axe du modèle (également l'axe du choc) vers le bord du choc et au delà. Seules les contraintes en traction sont considérées, car elles sont à l'origine de la rupture. Les valeurs affichées sont les maxima de contrainte de traction au cours du temps obtenus sur chaque nœud du maillage, pendant la durée du modèle (800 ns).

Sauf indication contraire, tous les résultats présentés ensuite seront obtenus avec un modèle constitué d'un superalliage en AM1 de 2,2 mm d'épaisseur et avec une orientation cristalline <100> parallèle à l'axe du choc, d'une couche d'alumine de 1 μm, et d'une couche de zircone de 170 μm. Pour le choc, le diamètre appliqué est de 3 mm et le coefficient λ de la sigmoïde figé à 3. Le rapport L/d est donc de 0,8.

6.3.2.1 Influence de l'intensité du choc laser

Les résultats présentés dans la figure 6.16 correspondent aux relevés de contrainte maximale le long de la couche d'alumine pour différentes pressions de choc de 1,0 à 3,5 GPa. L'augmentation de la pression de choc incidente provoque une contrainte appliquée dans la couche d'alumine plus élevée, mais cela n'affecte pas l'allure pseudo-gaussienne des profils radiaux. Le profil radial le long de la couche d'alumine, rappelle celui du profil radial de choc appliqué à la surface de l'AM1. Afin de le comparer directement, celui-ci a été tracé sur le même graphe pour un choc de pression 1 GPa. Il apparait alors que le profil de base du choc appliqué est plus raide que les contraintes obtenues dans la couche d'alumine.

Cette modification de l'allure spatiale des profils de contraintes interfaciales est le fruit des recouvrements des ondes 1D et 2D. Le chargement en traction obtenu a lieu vers 450 ns après le début du choc. Pour cette configuration géométrique étudiée (rapport $L/d = 0{,}8$), la figure 6.15 montre qu'à cet instant l'onde 1D en traction repasse au travers de la couche d'alumine après s'être réfléchie à la surface libre de la zircone. Elle est en grande partie responsable des contraintes en traction obtenues.

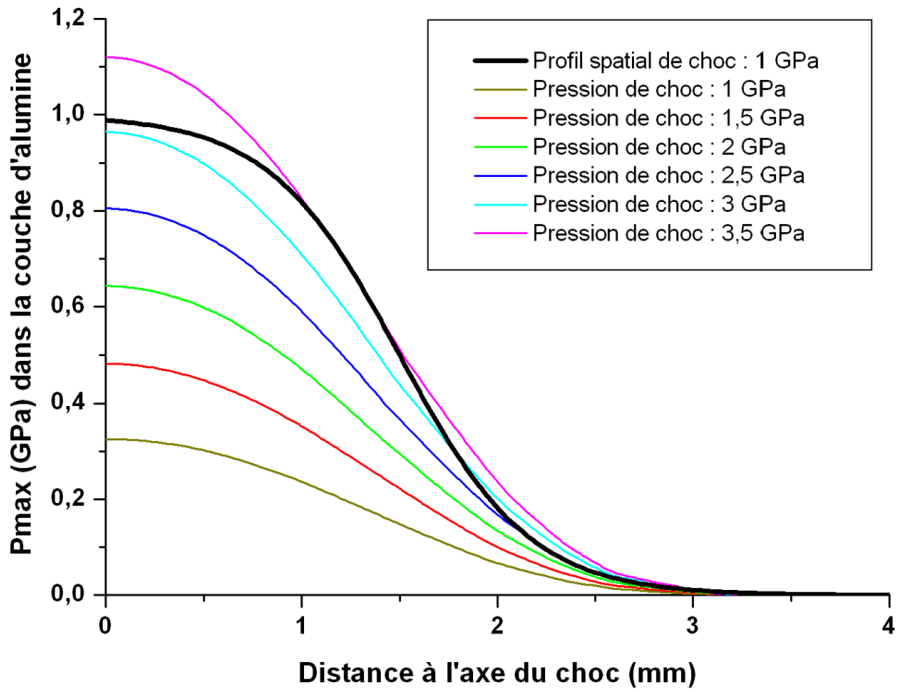


Figure 6.16 – Profils radiaux des contraintes en traction le long de la couche d'alumine, pour des pressions maximales de choc incident de 1,0 à 3,5 GPa

Le graphique de la figure 6.16 permet de considérer deux points importants : le premier est qu'un seul profil de contrainte obtenu pour une intensité de choc donnée, est suffisant pour connaitre l'allure de l'évolution de la contrainte de traction le long de la couche d'alumine. En augmentant la pression incidente du choc, l'allure générale de la courbe n'est pas modifiée. Seul le niveau des contraintes est augmenté. Le second point, le plus important, montre que les ondes 2D étalent vers l'extérieur du choc la zone mise en traction, et en contrepartie, atténuent la contrainte vers l'axe. Ces mécanismes issus des effets de bords ont déjà été expliqués dans la bibliographie (paragraphe 1.2.3.6).

6.3.2.2 Influence du diamètre de choc (Rapport L/d)

Il a été démontré par le calcul que les effets de bord modifient et atténuent le profil radial de contrainte appliqué dans la couche d'alumine. Durant les essais expérimentaux, différents diamètres de choc ont pu être utilisés, dans la limite de la capacité en énergie de la source laser et de la fluence nécessaire pour obtenir une décohésion. J.-P. Cuq-Lelandais [CL10] a déjà mis en évidence ces phénomènes de bords et leurs conséquences sur le profil de chargement radial. L'objectif des calculs ici est de vérifier l'importance du rapport L/d, et des effets 2D associés, dans le cas d'un système barrière thermique industriel et de sélectionner les conditions de choc appropriées pour le LASAT-2D. La figure 6.17 présente le profil radial de contrainte de traction maximale au cours du temps, obtenue le long de la couche d'alumine, pour une pression donnée de choc à la surface de

l'AM1 ($P_{max} = 2\ GPa$) et différents diamètres de choc sur une seule épaisseur de cible. Ainsi, le rapport L/d établi par Cuq-Lelandais [CL10] varie dans une gamme allant de 2,4 à 0,4.

Dans le cas des grands diamètres de choc, donc des rapports $L/d < 0{,}55$, le profil spatial de chargement au sein de la couche d'alumine se rapproche d'une allure de sigmoïde. Une sur-traction traduit la superposition des ondes 2D de traction incidente avec le front de choc 1D réfléchi. Pour des rapports L/d compris entre 0,55 et 1, le profil est de forme gaussienne. Le maximum de contrainte est appliqué dans l'axe du choc et cette surintensité axiale, par rapport aux cas de $L/d < 0{,}55$, est obtenue aussi par le croisement de l'onde 1D plane réfléchie et de la poche axiale de traction incidente formée par les ondes semi-circulaires. Les bornes de cette section, appelé "régime mixte", sont définies par le profil gaussien ($L/d > 0{,}55$) mais aussi par le formation d'une surintensité axiale ($L/d < 1$). Si le diamètre de choc rend le rapport $L/d > 1$, alors le profil est toujours gaussien, mais ici les effets des ondes 2D génèrent une atténuation du profil gaussien.

La classification réalisée par Jean-Paul Cuq-Lelandais [CL10] comporte des rapports L/d différents de ceux précédemment définis. En effet, dans le cas présent, le profil de choc relevé est localisé à une profondeur définie de la cible, celle de la couche d'alumine. D'autres mécanismes de sur-tractions sont possibles dans la zircone ou l'AM1, mais ils ne sont pas considérés car l'étude se concentre juste sur la couche fragile de 1 μm d'épaisseur.

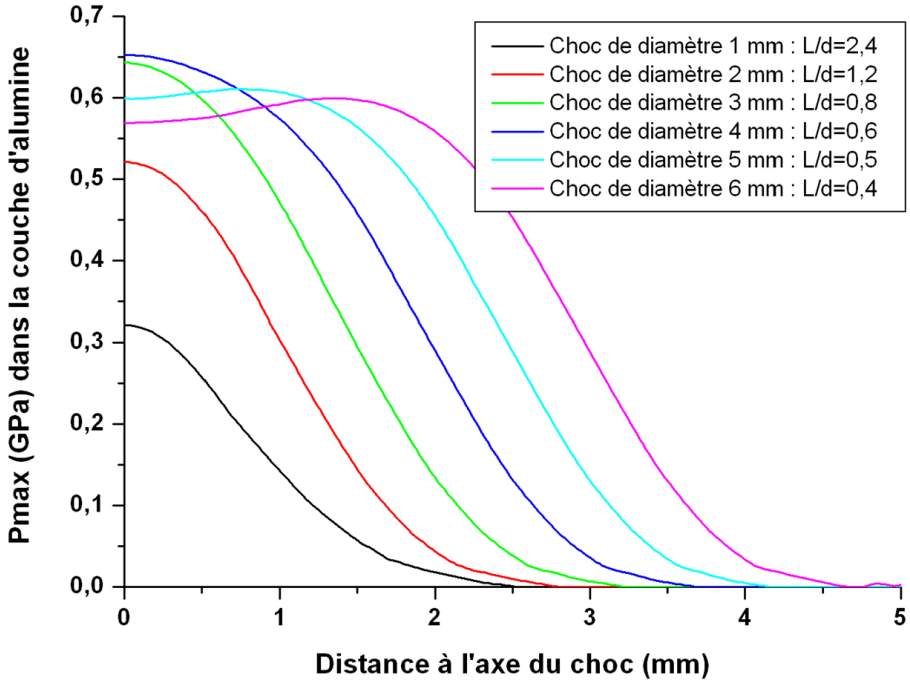


Figure 6.17 – Profils radiaux de la contrainte de pression maximale (en traction), le long de la couche d'alumine, pour différents L/d. Pression de choc = 2 GPa, Épaisseurs de la cible : AM1= 2,2 mm, alumine= 1 μm, zircone= 170 μm

Dans cette thèse, la majorité des chocs ont été réalisés avec un diamètre de choc de 3 mm ($L/d = 0{,}8$). Plusieurs éléments sont à l'origine de ce choix. Le graphique précédent (Fig. 6.17) montre que les diamètres 3 et 4 mm fournissent des profils radiaux de contrainte décroissants de l'axe vers le bord du choc, par rapport aux forts diamètres de choc qui révèlent une surintensité radiale. Un chargement avec un rapport L/d supérieur à 0,55 est donc préférable pour la mise en œuvre de l'essai LASAT-2D. Aussi, en comparaison avec les faibles diamètres, les chocs de 3 et 4 mm atteignent les plus importants niveaux de traction. Le choix entre les diamètres 3 ou 4 mm viendra des caractéristiques de la source laser. Elle fournie au maximum 2,0 J en 5,2 ns. Pour un diamètre de choc de 4 mm, cela permet d'atteindre 3 GW/cm^2 au maximum, soit une pression de choc de 2,5 GPa avec un confinement à l'eau. Avec un diamètre de choc de 3 mm, il est possible d'appliquer une fluence maximale de 5,4 GW/cm^2 qui correspond à 4,1 GPa. Cette possibilité de générer des niveaux de pression plus importants participe pour beaucoup à la préconisation du diamètre 3 mm ($L/d = 0{,}8$) pour l'essai LASAT-2D appliqué aux barrières thermiques EB-PVD.

6.3.2.3 Influence de l'épaisseur de la cible (rapport L/d)

Les parois des aubes de turbine monocristallines possèdent des orientations cristallines et des épaisseurs de l'AM1 qui varient selon les zones de la pièce. Par ailleurs, la structure creuse d'une pale de turbine refroidie est constituée de renforts et de cavités avec des géométries très complexes. Dans l'optique d'un essai quantitatif sur un échantillon représentatif d'une pièce réelle, il est important de connaître l'influence d'une variation de l'épaisseur du métal de base sur le résultat de LASAT-2D. Par modélisation, les profils radiaux de contrainte de pression le long de la couche d'alumine ont été obtenus (Fig. 6.18). Les résultats correspondent à des modèles avec des diamètres de choc de 2, 3 où 4 mm sur une épaisseur de substrat de 2,2 mm identique aux échantillons pions reçus, ou sur une épaisseur plus fine de 1,1 mm. Les couches de zircone et d'alumine ne sont pas modifiées.

Pour le diamètre de choc de 3 mm, les profils radiaux de contrainte sont très proches pour les deux épaisseurs de substrat en AM1 étudiées. Les ondes semi-circulaires 2D sont responsables de la légère différence observée entre les profils. Dans le cadre d'une forte épaisseur de substrat, la distance de propagation plus importante leur permet de se propager aussi dans la direction radiale. L'onde semi-circulaire extérieure augmente la contrainte appliquée sur une zone plus large que le rayon de choc (1,5 mm). L'onde semi-circulaire intérieure, qui suit l'onde principale 1D et est de signe opposé, ronge progressivement l'onde monodimensionnelle. Dans l'axe du choc, il se produit une sur-contrainte qui provient de la superposition de l'onde 1D réfléchie avec l'onde 2D incidente. Cette superposition compense l'atténuation de l'onde de choc induite par une épaisseur de propagation presque double avec l'AM1 de 2,2 mm. Pour cette raison, l'intensité axiale est équivalente dans ce cas particulier de diamètre de choc à 3 mm.

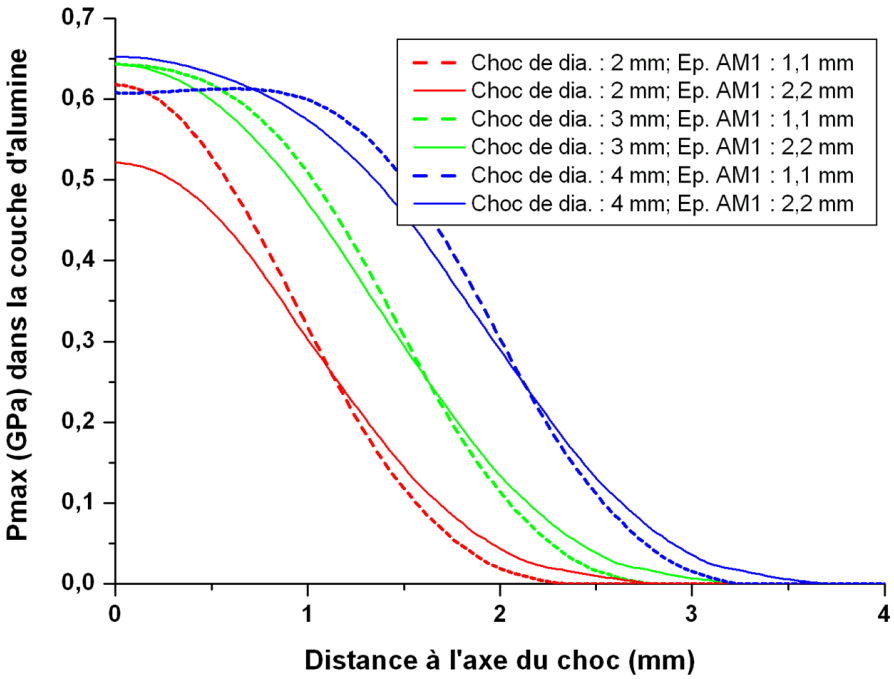


Figure 6.18 – Profils radiaux de contrainte dans la couche d'alumine pour des épaisseurs d'AM1 de 1,1 et 2,2 mm et des diamètres de choc de 2 à 4 mm (pression de choc de 2 GPa).

Le diamètre de choc 2 mm montre une atténuation du profil radial des contraintes dans l'alumine (forme gaussienne) qui est symptomatique des effets 2D pour les grands rapports L/d.

Enfin, pour des diamètres de choc de 4 mm, le passage d'un rapport L/d d'un régime mixte (épaisseur d'AM1 de 2,2 mm, rapport $L/d = 0{,}6$) à un régime quasi-1D (épaisseur d'AM1 de 1,1 mm, rapport $L/d = 0{,}33$) est bien mis en évidence par le changement de l'allure des profils. La configuration bidimensionnelle produit un profil gaussien alors que le cas considéré monodimensionnel entraine un plateau avec une sur-contrainte en périphérie.

La modification du rapport L/d par réduction de l'épaisseur du substrat met en évidence des profils de contrainte dans l'alumine avec des allures plus raides. Ces changements influencent le niveau des contraintes car ils modifient l'intensité et les interactions produites par les ondes 2D.

6.3.2.4 Influence de l'anisotropie de l'AM1

Le comportement mécanique de l'AM1 (défini dans le paragraphe 6.2.1) dépend de l'orientation du cristal obtenue par solidification dirigée (paragraphe 2.1.1). Les échantillons de géométrie "pion" de l'étude sont usinés avec l'épaisseur orientée selon <100> pour l'AM1. Les plaques en revanche ont une orientation du monocristal qui n'est pas

connue (non déterminée au cours des étapes d'élaboration). L'impact de cette orientation de l'alliage monocristallin, sur la contrainte subie par la couche d'alumine, doit être envisagé. Une étude paramétrique de l'influence de l'orientation du cristal par rapport à l'axe de propagation du choc est menée sur ABAQUS. Le comportement mécanique anisotrope (Fig. 6.6), agissant sur la propagation des ondes dans la couche du superalliage, a été orienté par rotation de la matrice de raideur pour générer le cas le plus extrême avec l'orientation cristalline <111> parallèle à l'axe du choc. Cette orientation correspond au module de Young le plus élevé et donc aux vitesses d'ondes les plus grandes. Cette orientation préférentielle a été choisie dans le modèle numérique de référence. La figure 6.19 présente une comparaison des profils radiaux des maxima des contraintes en traction dans la couche d'alumine, pour un cristal AM1 orienté <100> ou <111> suivant l'épaisseur.

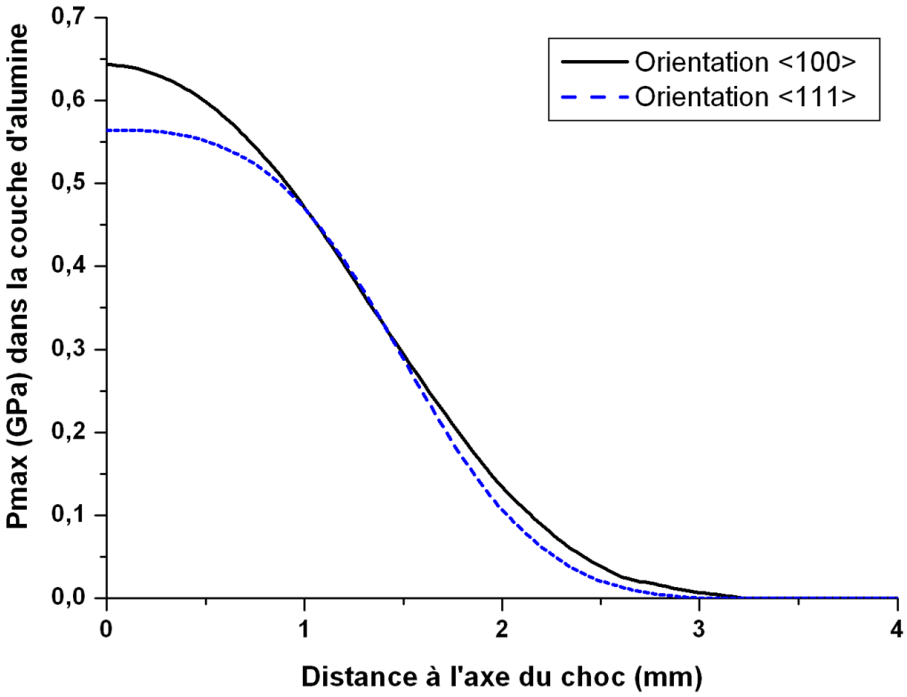


Figure 6.19 – Profil radial de contrainte au sein de la couche d'alumine d'une barrière thermique pour deux orientations cristallines de l'AM1 (pression de choc = 2 GPa, diamètre de choc = 3 mm)

Sur une zone délimitée par un rayon de 1 mm autour de l'axe du choc, la couche d'alumine subit une contrainte de traction moins élevée lorsque l'AM1 est orienté <111>. L'écart est d'environ 100 MPa pour un choc initial de 2 GPa. Au delà de cette zone, c'est à dire entre 1 et 3 mm de l'axe du tir laser, les profils sont proches et l'écart reste faible. La contrainte la plus basse est toujours pour le cas avec l'AM1 orienté <111>. La différence provient des vitesses de propagation de chaque onde qui sont modifiées. Les croisements des ondes ne se produisent alors plus aux mêmes emplacement dans la cible et cela change alors le profil des contraintes maximales appliquées dans la couche d'alumine.

L'influence de l'orientation est démontrée et est non négligeable. Il convient donc, pour la maitrise complète de l'essai LASAT-2D, de connaitre l'orientation du cristal en AM1 sur une cible choquée ou de s'assurer qu'elle est identique d'un échantillon à un autre.

Ces calculs sont importants car ils confirment que l'allure du profil radial de chargement en traction n'est pas uniquement gouvernée par le rapport L/d, mais dépend de façon significative de l'anisotropie de l'AM1. Or, le profil radial de contrainte est une information importante pour définir au préalable les conditions optimales à la réalisation d'un essai LASAT. Le choix du diamètre de choc dépendra de ces courbes (Fig. 6.17). Cependant, il apparait que l'anisotropie des couches et en particulier de l'AM1 pour le système barrière thermique, modifie ce profil radial de contrainte. Le rapport L/d optimal est donc à reconsidérer si l'orientation du cristal en AM1 varie.

Cependant, les effets de l'anisotropie sont plus significatifs sur la partie centrale du choc et restent limités sur la périphérie dans le cas d'un choc de diamètre 3 mm tel que préconisé pour l'essai LASAT-2D. Il faut donc relativiser les différences calculées, car la comparaison faite ici (Fig. 6.19) concerne les deux orientations cristallines les plus éloignées en comportement mécanique.

6.3.3 Modélisation de la fissuration par LASAT d'un système barrière thermique

Après s'être intéressé à la distribution radiale des contraintes dans la couche d'alumine, l'objectif suivant est de modéliser et de prédire la rupture du système barrière thermique pour définir un niveau d'adhérence représentatif de la liaison céramique/métal.

6.3.3.1 Critère de rupture

Différents outils numériques de fissuration peuvent être envisagés sur ABAQUS, comme l'élimination des mailles, ou la séparation d'interfaces. Avec le mode de calcul "Explicit", seuls certains outils sont utilisables. L'observation des faciès de rupture traduit un endommagement fragile dans la zircone et l'alumine. Le critère d'endommagement choisi est donc un seuil de contrainte pour une rupture, le "cut-off". Numériquement, il consiste à éliminer le comportement mécanique d'une maille si la valeur de contrainte dépasse pendant un temps de pas du calcul le critère seuil choisi. Ce critère permet aussi d'observer facilement les mailles affectées car elles peuvent être effacées du maillage lors de la visualisation du résultat. Pour simplifier la démarche de modélisation, la rupture est envisagée numériquement que dans la couche d'alumine. Ce critère de rupture modélise la fissuration observée sur échantillon que ce soit à la base de la zircone, entre la zircone et l'alumine, au sein de l'alumine ou encore entre l'alumine et la sous-couche.

6.3.3.2 Évolution de la taille de la décohésion

Pour le modèle de barrière thermique, avec un diamètre de choc de 3 mm, une étude paramétrique selon plusieurs valeurs de rupture a été menée afin de montrer l'évolution de la taille de la fissure en fonction de la densité de puissance laser appliquée. Les critères de rupture choisis varient de 0,3 GPa à 1,0 GPa et la pression de choc appliquée croît de 1,0 à 3,5 GPa. Les diamètres des fissures circulaires (cas du modèle axisymétrique) obtenus par le code de calcul sont reportés pour chaque critère de rupture dans la figure 6.20 en fonction de la pression de choc.

Pour une valeur du critère de rupture fixée, aux plus basses pressions de choc il n'y a aucune fissure, d'où des points avec des diamètres de rupture égaux à 0. Pour les pressions de choc plus intenses, une faible augmentation de l'intensité du choc entraine une importante croissance du diamètre de l'endommagement. Cette croissance est moins importante lorsque la pression de choc est augmentée, et tend vers une asymptote. L'augmentation du critère de rupture pour une pression de choc fixée se traduit par une diminution de la taille de la fissure. Les courbes sont presque parallèles, bien que certains points semblent décalés.

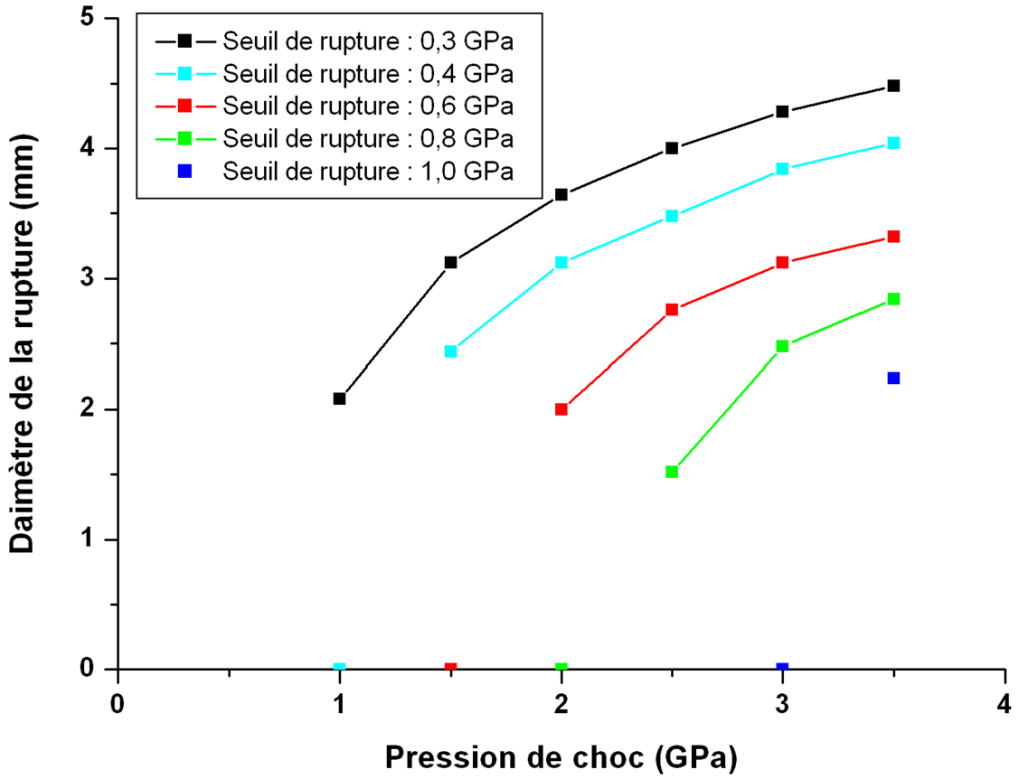


Figure 6.20 – Évolution du diamètre de la décohésion en fonction de la pression de choc pour différents seuils de rupture

L'allure de l'évolution de la taille de la fissure en fonction de la pression du choc et du critère de rupture imposé est directement liée à la forme du profil radial de contrainte

(Fig. 6.21).

Si le seuil de rupture est supérieur au profil radial de contrainte (cas S1), aucune zone n'est soumise à des contraintes suffisamment intenses pour rompre les mailles. En diminuant la valeur du seuil de rupture (cas S2), la hauteur du dôme du profil de contrainte est suffisante (fig. 6.21) pour dépasser le seuil et donc générer la fissuration sur le rayon R2 correspondant. Pour un seuil encore plus faible (cas S3), l'allure gaussienne du profil spatial conduit à une augmentation de la décohésion.

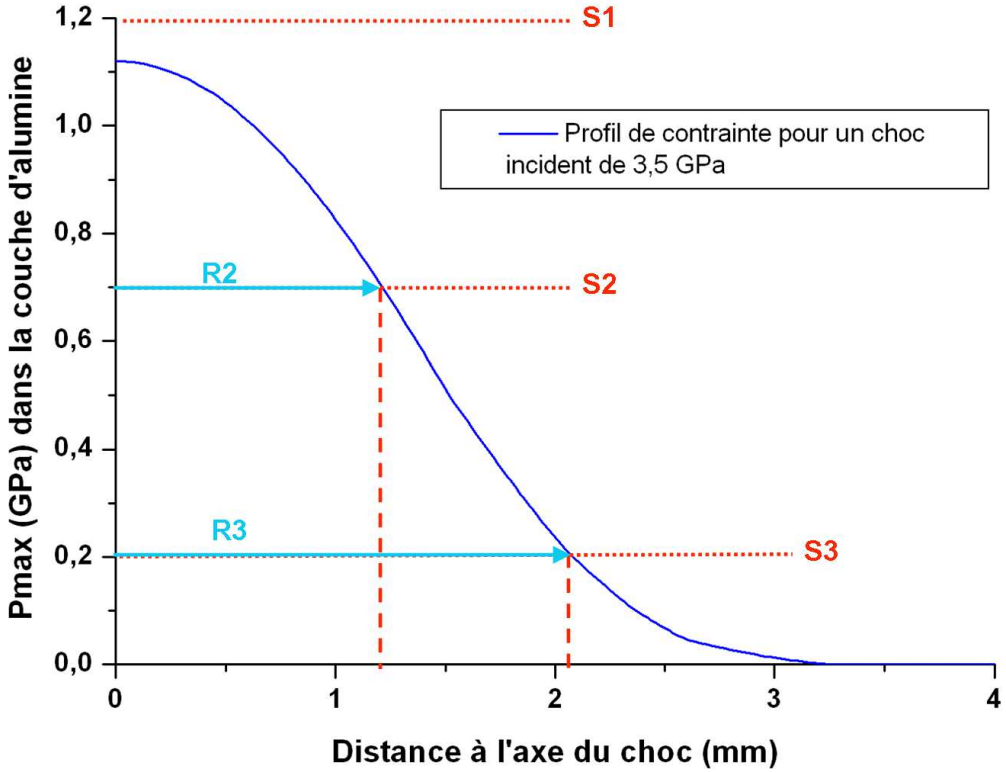


Figure 6.21 – Profil radial de contrainte et évolution de la taille de la rupture R selon différents seuils de rupture S

Les résultats quantifiés présentés dans le graphique de la figure 6.20 sont à considérer avec précaution car en observant en détail les cartographies du calcul, un artéfact numérique est visible (Fig. 6.22). Au centre de la zone de choc, les mailles ont été éliminées par le passage de l'onde de traction réfléchie. Sur la périphérie de la fissure, une zone reste sous contrainte alors que l'onde de choc est bien éloignée.

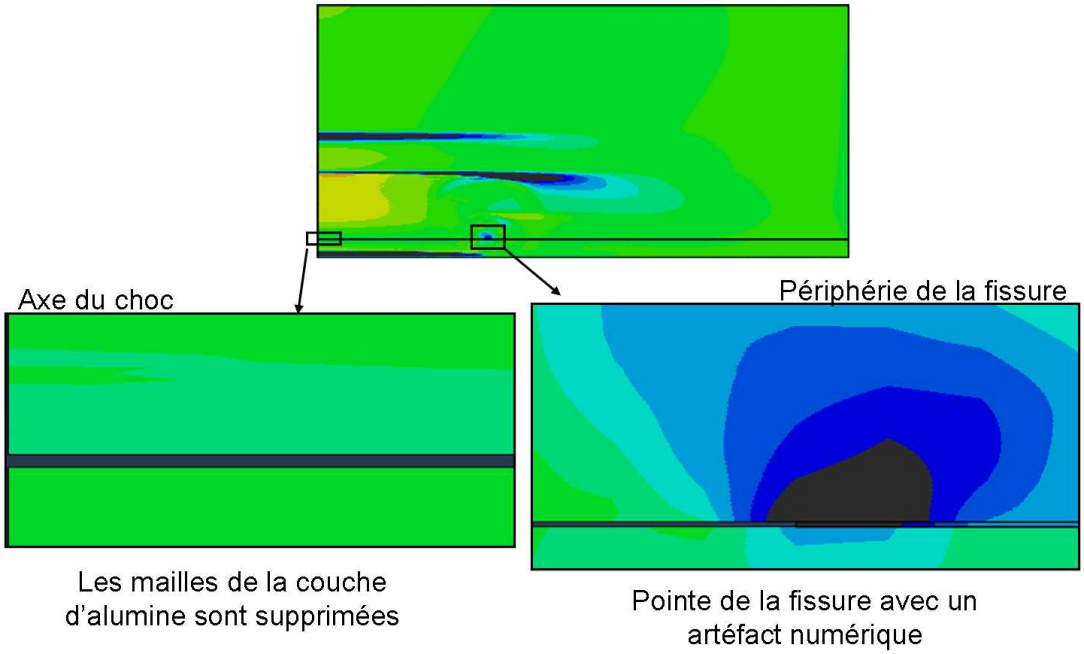


Figure 6.22 – Simulation des contraintes associées à décohésion métal-céramique

Ceci correspond à un défaut du calcul numérique pouvant avoir plusieurs origines, comme la discontinuité locale engendrée par la suppression des mailles ou encore la trop faible résolution du maillage pour ce type de modèle de rupture. Cette zone de traction rémanente localisée est problématique car elle peut produire une surestimation de la fissure. Afin d'étudier l'impact de la rupture numérique des mailles sur la prédiction du diamètre des fissures, une comparaison a été faite en utilisant les profils radiaux de contrainte dans la couche d'alumine mais sans aucun endommagement. Ainsi, pour une valeur du seuil de rupture (S), la distance à l'axe du choc (R) où cette valeur est atteinte est relevée comme présentée sur la figure 6.21. Le graphique 6.23 présente cette comparaison.

Pour un même seuil de rupture, il y a un décalage en diamètre très important. Tous les points sont abaissés de presque 1 mm entre les deux méthodes. Cette observation montre que l'effet de la concentration de contrainte en pointe de fissure est responsable d'une surestimation de la taille de la fissure par rapport à l'approche recherchée.

Pour la suite de la simulation de l'essai LASAT, l'outil numérique de rupture est écarté car il introduit des effets dont la nature reste à élucider et à améliorer. Cependant, l'utilisation de cet endommagement avec création d'une fissure pendant le choc est utile pour étudier et comprendre la propagation des ondes de choc lorsqu'un endommagement est généré (notamment pour la comparaison avec des relevés par un diagnostique VISAR).

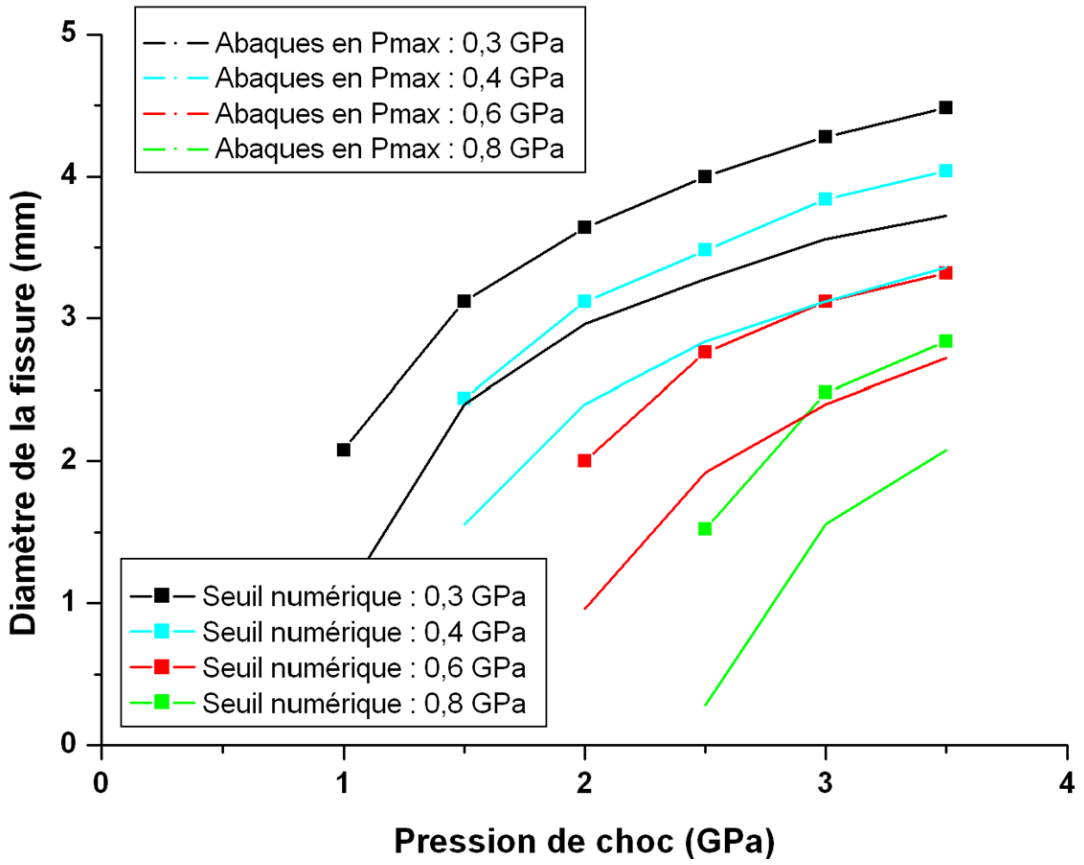


Figure 6.23 – Comparaison de la taille de fissure générée numériquement (élimination des mailles) avec celle associée au modèle sans endommagement

6.3.4 Abaques d'adhérence

Toute la démarche du présent chapitre a permis de prédire la taille de la rupture ou, à défaut d'un outil numérique de rupture satisfaisant, de l'estimer. Le choix a été fait de faire des abaques numériques en se basant sur les profils radiaux de contrainte dans la couche d'alumine, sans endommagement. Les chargements mécaniques appliqués par les ondes de chocs pour plusieurs fluences de choc laser sont déjà calculés dans la figure 6.16. Il est possible de transposer le jeu de données contenues dans cette figure en un graphe à trois axes, sur lequel la contrainte dans l'alumine est reportée simultanément en fonction de la distance à l'axe du tir, et de la pression de choc incident. Un diagramme 3D (Fig. 6.24) est ainsi formé avec des domaines d'isocontraintes à l'interface, représentée par la couche d'alumine.

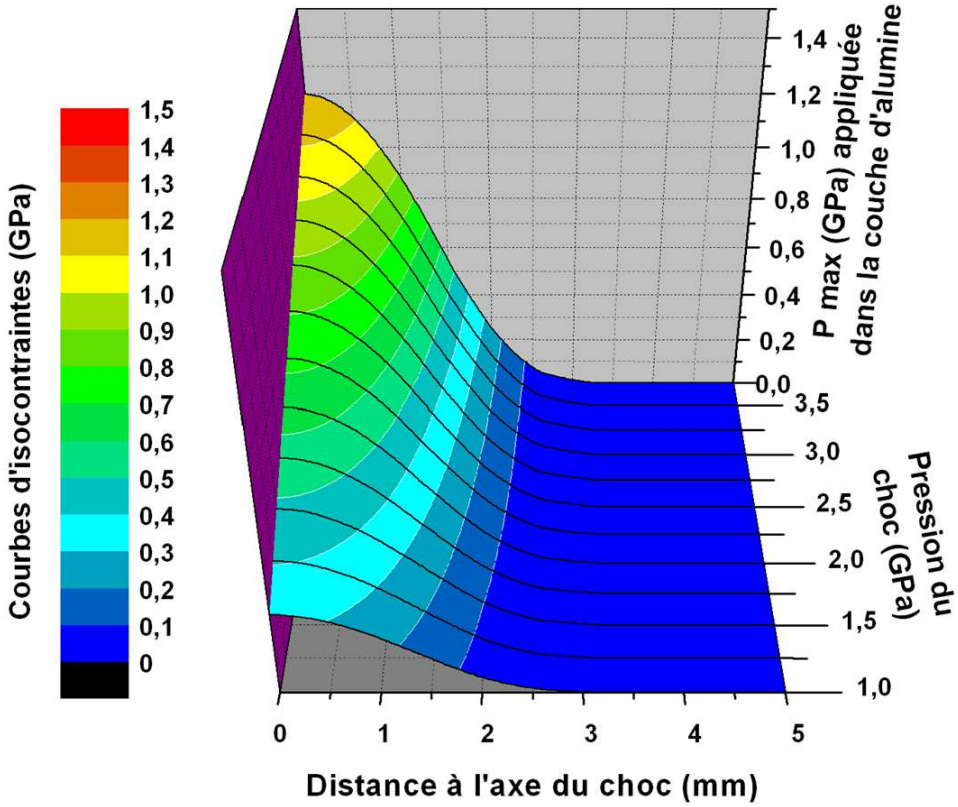


Figure 6.24 – Diagramme 3D des profils radiaux de contraintes maximales en fonction de la pression du choc incident

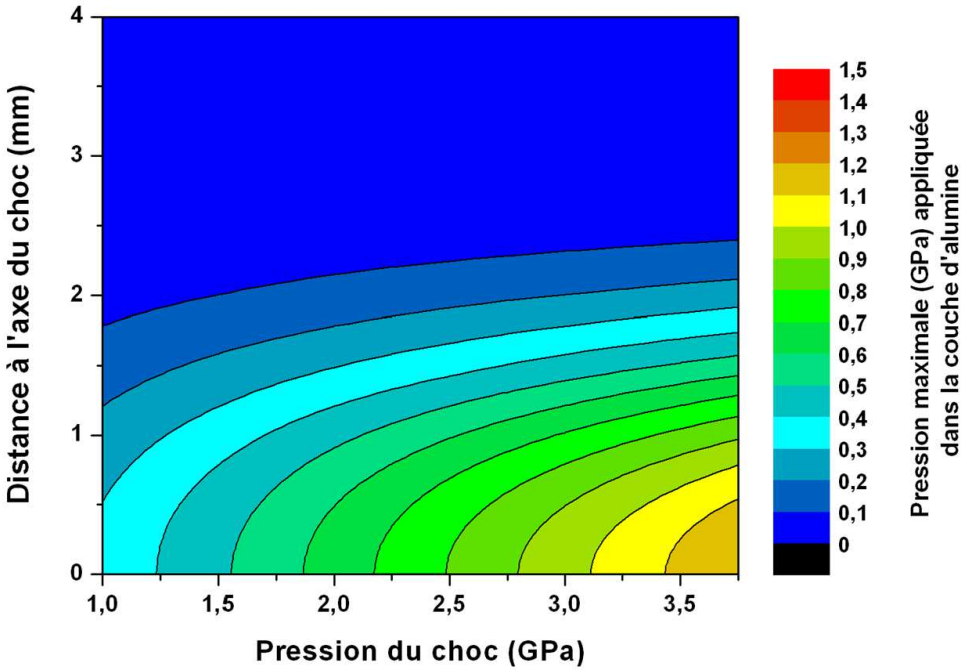


Figure 6.25 – Cartographie des isocontraintes dans la couche d'alumine en fonction de la distance à l'axe du choc et de la pression de choc

Les valeurs d'isocontraintes maximales atteintes sont reprises par l'échelle de couleur. Une représentation plane des isocontraintes donnée sur le graphique 6.25, révèle finalement les courbes de la figure 6.23 mais avec l'ensemble des valeurs, et non plus quelques points.

Pour un choc laser de diamètre 3 mm sur une barrière thermique constituée d'un superalliage AM1 avec une sous-couche d'une épaisseur totale de 2,2 mm et orienté <100>, puis d'une couche d'alumine de 1 μm et d'une zircone considérée anisotrope de 170 μm, la figure 6.25 permet de définir les contraintes atteintes dans l'alumine pendant l'essai. L'axe horizontal est limité à un intervalle allant de 1 GPa à 3,75 GPa en accord avec le domaine de pression des chocs incidents appliqués sur les échantillons. Afin de rendre l'abaque directement exploitable pour des essais LASAT, l'échelle de la fluence laser peut être ajoutée (Fig. 6.26), en utilisant la relation établie entre la fluence laser et la pression de choc (paragraphe 6.1.4).

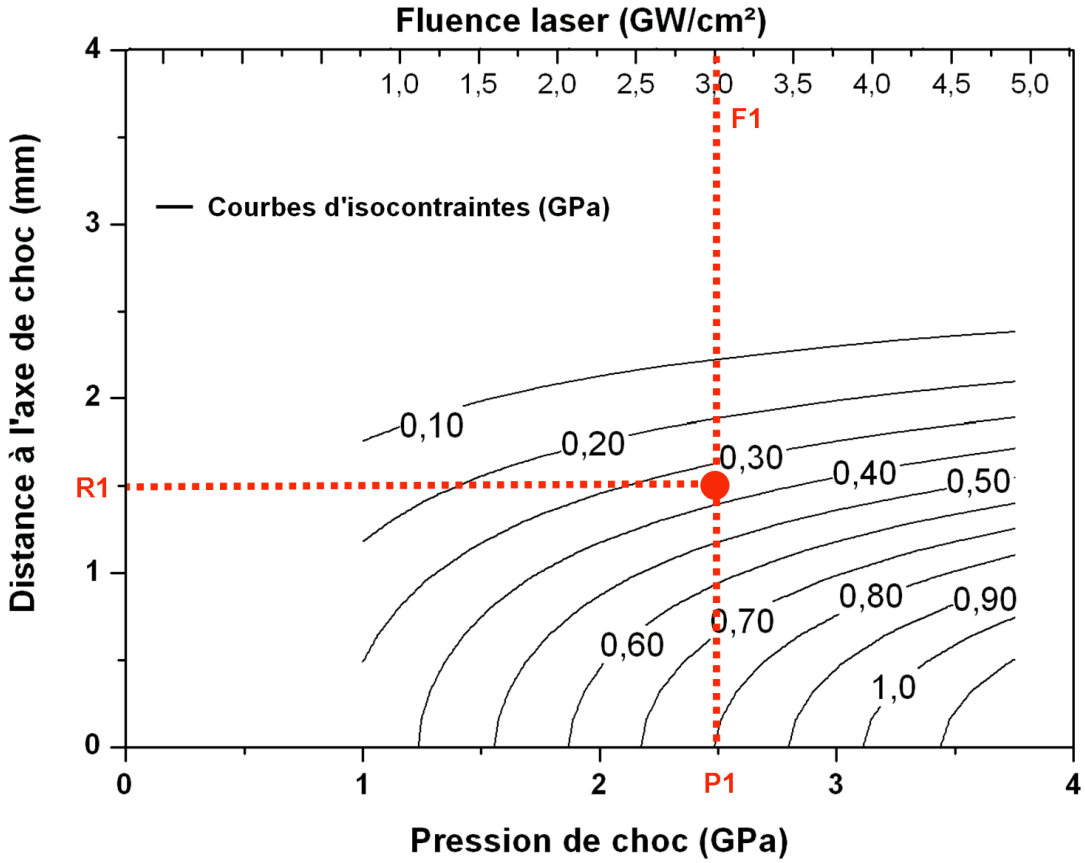


Figure 6.26 – Abaque LASAT numérique d'isocontraintes sur barrières thermiques (diamètre de choc 3 mm)

L'abaque numérique peut être utilisé pour plusieurs objectifs. En premier lieu, pour déterminer la résistance à la rupture de la barrière thermique soumis au LASAT. Par exemple, si un choc de 3,0 GW/cm^2 (Fig. 6.26) est appliqué, et que la taille de la décohésion fait 3 mm de diamètre (R1), il suffit de reporter le point correspondant sur l'abaque

pour définir une contrainte à la rupture sous LASAT comprise entre 0,3 et 0,4 GPa. Ceci est l'utilisation principale de l'abaque pour la mesure de l'adhérence à partir d'un seul point (essai LASAT monotache). La deuxième possibilité est de définir le choc à appliquer pour générer un défaut de dimension souhaitée. Pour cela il faut connaitre au préalable la résistance à la rupture de la barrière thermique puis, en se plaçant sur la courbe d'isocontrainte correspondante, la relation entre la fluence laser et le diamètre de rupture est obtenue.

Une abaque d'isocontraintes, est propre aux dimensions du modèle et aux comportements mécaniques des couches. Ci-dessous, les abaques pour les mêmes modèles mais avec des chocs de diamètres différents.

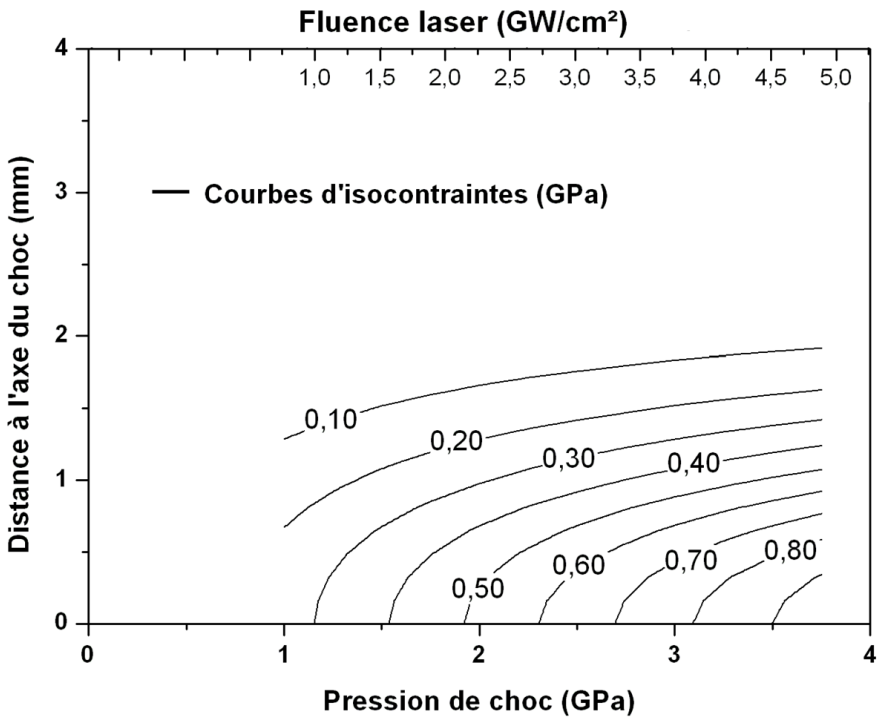


Figure 6.27 – Abaque LASAT numérique d'isocontraintes sur barrières thermiques (diamètre de choc 2 mm)

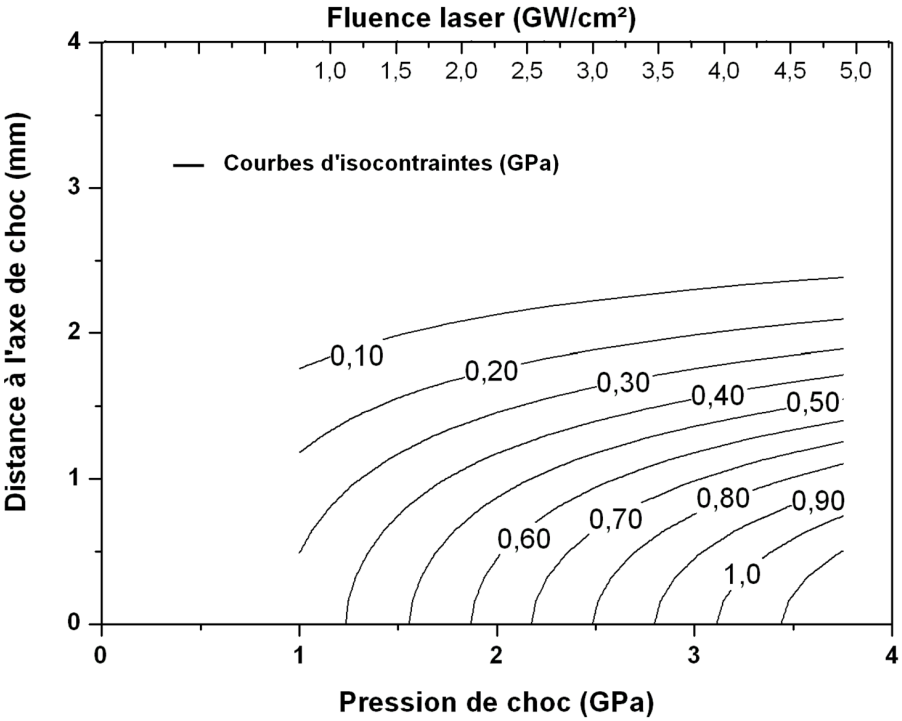


Figure 6.28 – Abaque LASAT numérique d'isocontraintes sur barrières thermiques (diamètre de choc 3 mm)

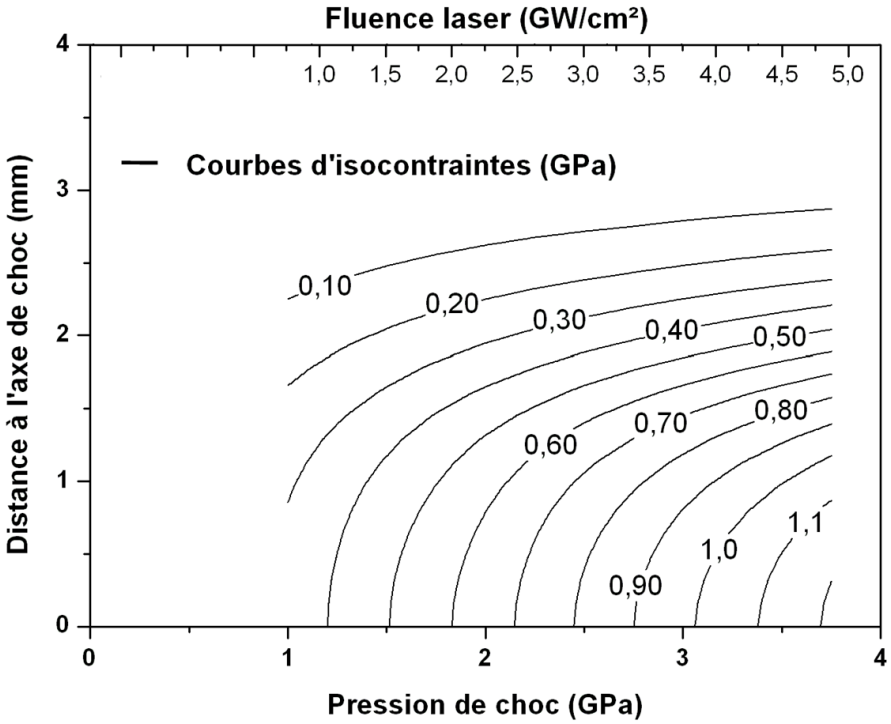


Figure 6.29 – Abaque LASAT numérique d'isocontraintes sur barrières thermiques (diamètre de choc 4 mm)

Conclusion

L'utilisation de relevés VISAR réalisés pendant des tirs laser sur des feuillards en aluminium avec la nouvelle installation LASAT du Centre des Matériaux a permis de calibrer le choc de cette source. Pour un confinement par eau, le profil temporel de choc a été établi, ainsi que la relation entre la fluence laser et le maximum de pression de choc. Cette calibration a été réalisée en utilisant le code de calcul ABAQUS. Un modèle numérique a été mis en place pour représenter le système barrière thermique de l'étude. L'anisotropie de l'AM1 et de la zircone est considérée. La modélisation des ondes de chocs a permis d'établir le profil de contrainte de long de la couche d'alumine. En effet, c'est essentiellement cette zone qui s'endommage pendant le choc laser. Pour un système barrière thermique figé, le diamètre de choc est une donnée importante, car il influe sur la répartition des contraintes dans l'alumine. La modélisation numérique a orienté sur le choix d'un diamètre de 3 mm pour les épaisseurs usuelles de nos systèmes revêtus. Dans ce cas le profil de contrainte à l'interface est de forme gaussienne. Pour d'autres épaisseurs d'AM1, il faut reconsidérer le choix du diamètre de choc.

À partir de ce profil de contrainte dans l'alumine et sa proche région, il est possible de modéliser la fissure. Un critère de type " Cut-off " a été mis en place. L'évolution de la fissure en fonction de la pression de choc évolue selon une allure logarithmique. En variant le seuil de rupture, un réseau de courbe, abaques est mis en place. Ces abaques permettent, de relier, pour un choc donné, le diamètre de la fissure en fonction de l'adhérence. Cependant, le choix du critère de rupture est à reconsidérer car des artéfacts numériques ont été mis en évidence. Pour s'abstenir de ces défauts, les abaques ont été mis en place en utilisant la contrainte modélisée à l'interface. Ces abaques d'isocontraintes ont été réalisées pour les épaisseurs des barrières thermiques de l'étude et dans le cadre de chocs de diamètre 2, 3 et 4 mm.

Ils sont représentatifs de tout le potentiel de l'essai LASAT-2D. En effet, ils valident déjà les observations du chapitre précédent qui montrait que les tailles des décohésions varient. Aussi, ils permettent d'envisager sérieusement le " LASAT-2D monotache ". Cette méthode consiste à réaliser un seul choc laser, de mesurer le diamètre de la décohésion obtenue, de le reporter sur les abaques numériques et d'en déduire le niveau de contrainte qui a rompu l'interface, donc l'adhérence. Aussi, il peut être envisagé de réaliser des défauts volontaires dans une barrière thermique avec une taille prédéfinie. En utilisant l'abaque d'isocontraintes, si l'opérateur connait déjà l'adhérence de la barrière thermique, il peut déterminer le choc qu'il doit appliquer pour réaliser une décohésion de la dimension souhaitée.

Ces résultats apportés par le code de calcul via les courbes d'isocontraintes sont maintenant à valider par l'expérience.

Chapitre 7

Mesure de l'adhérence de systèmes barrières thermiques par LASAT-2D

Sommaire

Introduction

Les chapitres précédents ont apporté tous les outils nécessaires à la mise en place du LASAT-2D. La caractérisation des fissures a montré la crédibilité de cet essai d'adhérence qui endommage bien les interfaces d'intérêt. Plusieurs méthodes non destructives ont permis d'accéder au diamètre de la décohésion. La modélisation numérique a validé le potentiel de l'essai LASAT-2D sur ces revêtements. L'ultime étape consiste à mettre en place le LASAT-2D sur les barrières thermiques.

Dans un premier temps, ce chapitre présente l'influence des paramètres de choc afin d'appréhender leurs effets sur la mesure finale par LASAT, notamment au travers de l'établissement des courbes LASAT-2D.

Ensuite, la microstructure de la zircone, la nature de l'interface et de la sous-couche, ou encore le vieillissement de barrières thermiques EB-PVD, sont modifiés pour étudier la sensibilité et le potentiel de l'essai LASAT-2D pour la caractérisation de l'adhérence de ces revêtements. En exploitant les résultats de la modélisation numérique du chapitre 6, ces courbes LASAT-2D expérimentales sont comparées au abaques d'isocontraintes.

Dans la dernière partie, l'essai de référence, le cyclage thermique, est aussi appliqué sur les barrières thermiques avec des interfaces modifiées. Les résultats des durées de vie obtenues sont croisés aux mesures d'adhérence LASAT-2D pour comprendre l'évolution de l'adhérence des revêtements de l'étude en fonction du vieillissement par cyclage thermique, mais également pour envisager une relation entre adhérence et durée de vie.

7.1 Étude paramétrique du LASAT-2D sur barrière thermique

Les observations du chapitre 4 ont permis de présenter les interfaces d'un système barrière thermique EB-PVD et de caractériser les endommagements générés soit par le cyclage thermique, soit par la propagation des ondes de choc lors de la mise en œuvre de l'essai LASAT. Que ce soit par le comportement optique de la zircone (partie 5.1) ou par l'observation des contraintes dans la couche d'alumine par la piézospectroscopie (partie 5.3), il est possible de mesurer le diamètre des fissures interfaciales. Le chapitre 6 a démontré par calcul numérique sur un système tricouche représentant une barrière thermique EB-PVD, l'évolution du diamètre des décohésions en fonction de l'intensité de choc et du rapport L/d. Associée à un seuil de rupture ou à un niveau de contrainte maximal, l'adhérence du système barrière thermique peut alors être quantifiée en utilisant des abaques qui découlent des effets 2D.

Cette partie présente les résultats expérimentaux de l'étude de l'influence des paramètres de choc (intensité et diamètre du choc, épaisseur de la cible), sur l'évolution de la taille de la décohésion interfaciale. La fluence laser, qui définit la pression du choc appli-

quée (paragraphe 6.1.4), est le premier paramètre étudié. Ensuite, l'influence du rapport L/d est abordée en modifiant soit le diamètre d du choc, soit l'épaisseur L de la cible. La répétabilité des résultats sur différents échantillons considérés comme identiques, est aussi présentée afin de qualifier les variations observées au cours de la thèse.

Tous les essais de choc présentés dans ce paragraphe sont réalisés avec la source laser du CdM et sous confinement à l'eau. Les dimensions des décohésions sont obtenues par la mesure de la surface des taches blanches (partie 5.1) et par le calcul des diamètres équivalents.

7.1.1 Diamètre et fluence laser

Trois diamètres de choc sont étudiés : 2, 3 et 4 mm. L'épaisseur L par défaut des cibles de barrières thermiques est proche de 2,4 mm. Les rapports L/d ainsi appliqués sont de 1,2 ou de 0,8 ou de 0,6. Pour chacun, la fluence laser est modifiée dans une gamme de 0,1 à 6,0 GW/cm^2. Dans le cas des chocs de diamètre 4 mm, la fluence de choc possible par la source laser est limitée à 3,0 GW/cm^2, du fait de la plus grande surface irradiée.

La figure 7.1 présente les courbes LASAT-2D établies par mesure de la tache blanche, pour les trois diamètres de choc. Les résultats sont issus de séries de chocs laser sur 4 pions identiques élaborés simultanément par EB-PVD avec une microstructure de zircone de type B (paragraphe 3.1.2).

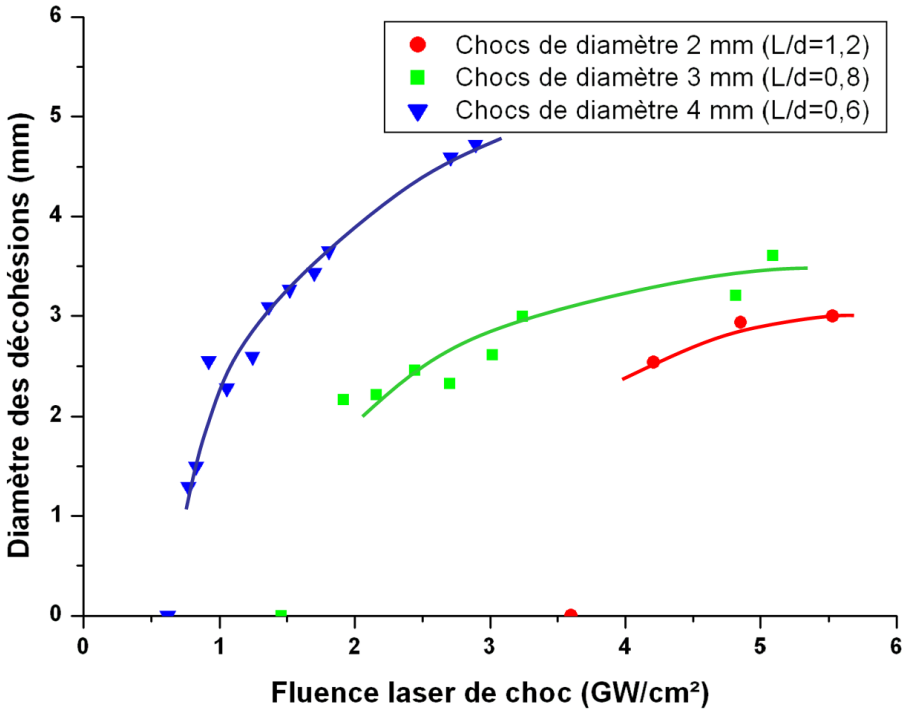


Figure 7.1 – Courbes LASAT-2D pour des diamètres de choc de 2, 3 et 4 mm appliqués sur quatre pions revêtus de barrières thermiques EB-PVD brutes d'élaboration de microstructure B

Chaque diamètre d de choc appliqué conduit à une courbe LASAT-2D distincte. Les domaines de variation des diamètres de fissure sont d'autant plus élevés que le rapport L/d est faible (i.e. le spot laser est grand).

Pour chaque courbe LASAT-2D relative à un rapport L/d, la taille de la décohésion augmente avec la fluence laser appliquée. Cependant, la forme des courbes n'est pas linéaire et rappelle bien les allures prédites par le calcul (paragraphe 6.3.4). Avec ces courbes LASAT-2D tracées pour des dépôts bruts de fabrication, l'extrapolation du profil vers les faibles fluences ne passe pas par l'origine du graphe. Par exemple, pour les chocs de diamètre 4 mm et de fluence laser inférieure à 0,62 GW/cm^2, les chocs ne produisent pas de tache blanche. Le premier choc avec rupture interfaciale se produit à 0,77 GW/cm^2. Quand la surface de choc est de 3 mm de diamètre ($L/d = 0{,}8$), cette limite est plus élevée, entre 1,5 et 1,9 GW/cm^2. Ce seuil, appelé seuil LASAT dans le cadre des essais LASAT en configuration 1D (paragraphe 1.2.3.5), est d'autant plus élevé que le rapport L/d est faible. Pour des chocs de diamètre 1 mm, il n'y a toujours pas de tache blanche visible aux fluences limites de 6,0 GW/cm^2, sur ces cibles barrières thermiques de 2,4 mm d'épaisseur.

Avec l'examen des courbes LASAT-2D de la figure 7.1, la taille de la décohésion interfaciale apparaît dépendante de la fluence laser mais aussi du diamètre du choc.

À diamètre de choc et épaisseurs de cibles figés (L/d constant), le diamètre de la décohésion augmente avec la fluence laser appliquée. Dans les gammes des paramètres étudiés, les profils estimés peuvent être décrits en distinguant trois domaines : une première zone à basse fluence qui ne génère pas d'endommagement ; une deuxième zone débutant avec l'apparition des taches blanches, où une faible augmentation de l'énergie laser provoque une croissance prononcée du diamètre de la décohésion ; et enfin une dernière zone où l'effet d'une augmentation de la fluence laser, sur le diamètre de la décohésion, paraît limité. La transition entre ces deux dernières zones des courbes est progressive et plus ou moins prononcée. Ces allures de courbes expérimentales semblent bien reproduire les courbes LASAT-2D prédites par la modélisation numérique dans le chapitre 6 et les travaux de Cuq-Lelandais [CL10] en commun avec le CdM sur des matériaux SNECMA. Ceci permet d'envisager très favorablement l'utilisation d'abaques numériques pour le calcul de l'adhérence (partie 6.3.4).

À fluence laser fixe et diamètre de choc croissant, la taille de la décohésion est plus grande. Ce constat sur la figure 7.1 est également étayé par la modélisation numérique en chapitre 6. Intuitivement, il paraît normal que pour une même pression de choc, la décohésion interfaciale soit d'autant plus grande que la surface de choc est importante. Cependant, un choc de diamètre 3 mm peut induire à une décohésion plus étendue qu'un autre choc de diamètre 4 mm, pour des fluences différentes. En d'autres termes, le diamètre de décohésion peut être inférieur ou supérieur au diamètre de choc initial. C'est une des retombés fondamentales de la prise en compte des effets 2D. Ainsi, pour une fluence laser

donnée, le diamètre de la décohésion est bien lié à l'allure du profil radial de contrainte qui évolue en fonction du rapport L/d considéré.

L'allure des courbes LASAT-2D est l'élément clé pour le choix de la configuration L/d la plus adaptée. Ici, le diamètre de choc de 3 mm, sur une cible de 2,4 mm donc un rapport L/d de 0,8, donne une courbe LASAT-2D intermédiaire, ni trop raide et ni trop plane. Sauf indication contraire, c'est avec cette configuration ($L/d = 0{,}8$) que les essais d'adhérence sur les barrières thermiques de l'étude ont été réalisés.

7.1.2 Épaisseur du superalliage

L'étude du rôle des ondes bidimensionnelles (chapitre 6) a montré que l'allure des courbes LASAT-2D dépend à la fois du diamètre de choc et de l'épaisseur de la cible au travers du rapport L/d. Un échantillon de barrière thermique de microstructure de type B a été aminci du côté métallique par polissage afin d'obtenir une épaisseur totale de 1,35 mm contre 2,4 mm originellement. Le rapport L/d est alors diminué de 0,8 à 0,45. Les courbes LASAT-2D peuvent alors être comparées entre les deux épaisseurs. La figure 7.2 montre que sur le pion aminci, les diamètres des décohésions sont presque deux fois plus grands que pour le pion original. Ceci se traduit par un décalage significatif de la courbe LASAT-2D vers le haut.

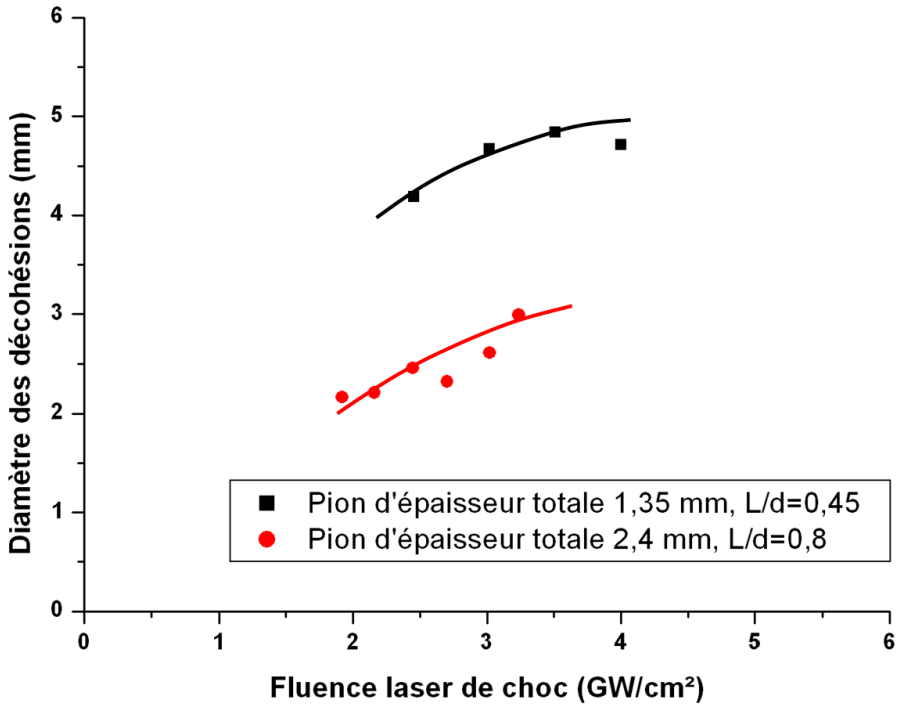


Figure 7.2 – Courbes LASAT-2D sur barrière thermique EB-PVD : deux épaisseurs de substrat différentes ($d = 3$ mm, microstructure type B)

L'importante différence entre les deux rapport L/d est une des conséquences des ef-

fets 2D détaillés dans le chapitre 6. Le profil de chargement obtenu par la modélisation numérique (Fig. 6.18) dans le cadre d'épaisseurs équivalentes à celles présentées dans la figure 7.2, a été décrit dans le paragraphe 6.3.2.3. Le code de calcul laisse entrevoir qu'une faible différence entre un échantillon avec un substrat de 1,1 mm ou de 2,2 mm pour des chocs de diamètre 3 mm. Expérimentalement, le contraste apparaît beaucoup plus prononcé entre les deux rapports L/d. Cette différence révèle une première limite du modèle numérique mis en place. Il apparaît que, dans la modélisation, l'atténuation des ondes de choc y est sous-estimée. Ce décalage peut venir soit du comportement des couches mal décrit, soit des effets 2D qui sont aussi responsables de l'atténuation des ondes de choc.

7.1.3 Répétabilité sur échantillons identiques

Il est possible d'apprécier la répétabilité de l'essai LASAT-2D d'un échantillon à l'autre en comparant les courbes LASAT-2D expérimentales sur des pions considérés identiques (même lot EB-PVD). La figure 7.3 présente la taille des décohésions interfaciales générées par des chocs de diamètre 4 mm sur trois pions distincts mais d'épaisseurs identiques (rapport $L/d = 0{,}6$).

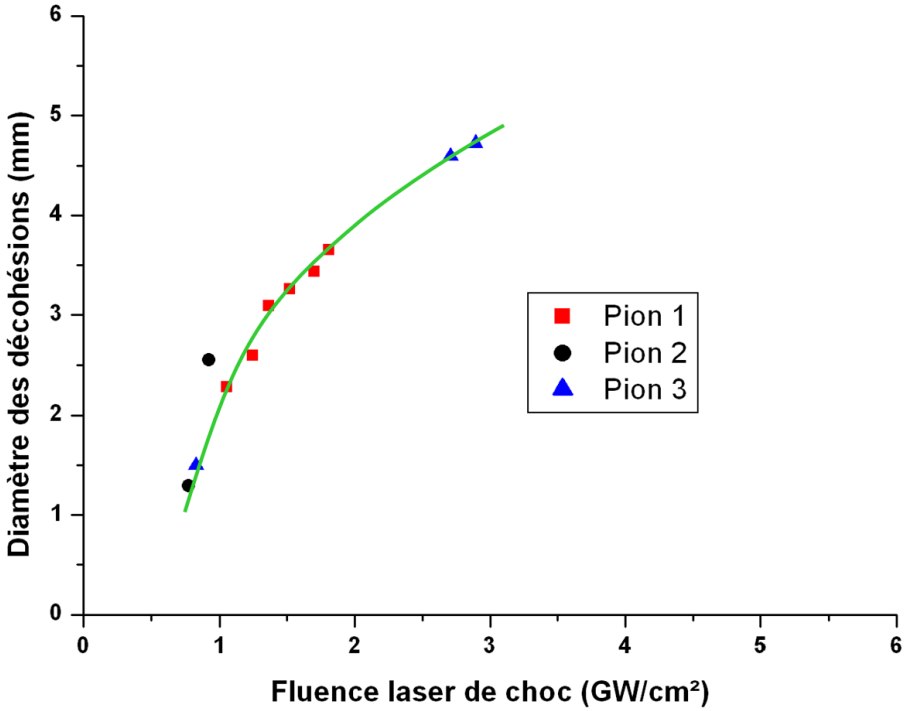


Figure 7.3 – Courbe LASAT-2D sur barrières thermiques EB-PVD brutes d'élaboration (microstructure B) : cas de trois pions distincts

La position des points sur la courbe LASAT-2D ne semble pas être influencée par le choix du pion testé. Cette observation est bénéfique pour l'utilisation de l'essai LASAT à des fins comparatives ou même qualitatives pour analyser l'adhérence de systèmes

barrières thermiques identiques (mêmes épaisseurs). Cet exemple est d'autant plus démonstratif que le choix d'un rapport $L/d = 0{,}6$ conduit à une sensibilité importante du diamètre de la décohésion en fonction de la fluence laser.

Des plaques revêtues ont aussi été choquées par LASAT car leur géométrie plus grande ($50\ mm \times 30\ mm$) permet de réaliser trois fois plus de chocs que la géométrie des pions. La figure 7.4 compare les courbes LASAT-2D obtenues sur une plaque et sur un pion bruts d'élaboration. Le pion et la plaque présentent la même microstructure colonnaire avec de la zircone de type C. Les relevés des diamètres des taches blanches sont reportés sur la même courbe LASAT-2D.

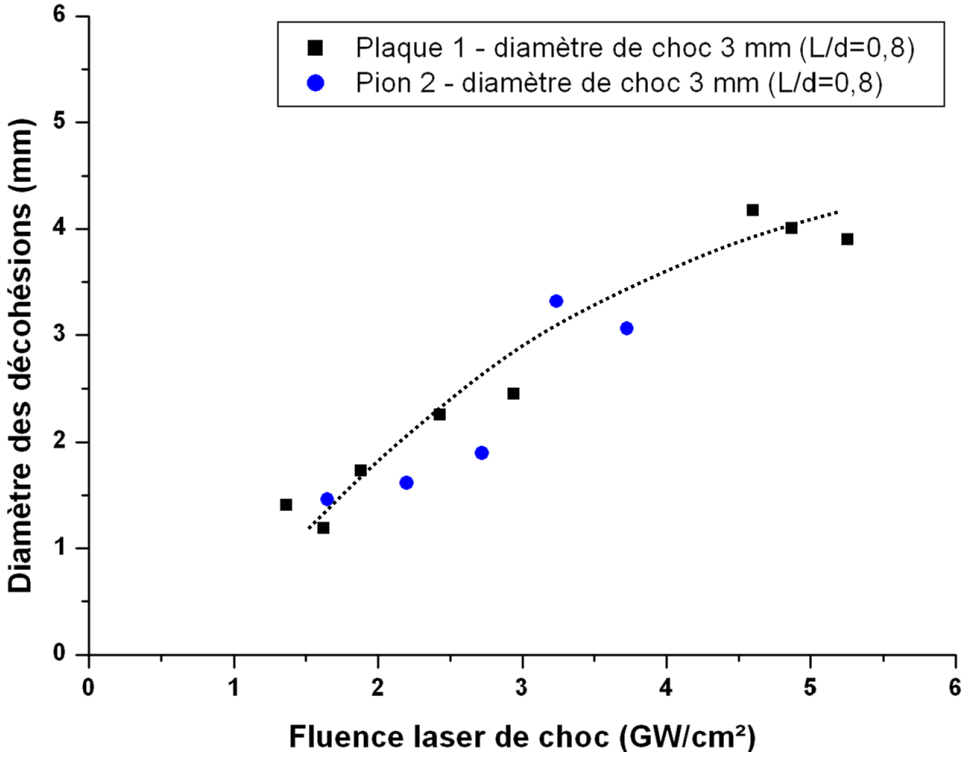


Figure 7.4 – Courbes LASAT-2D obtenues sur barrières thermiques EB-PVD brutes d'élaboration, avec des diamètres de choc de 3 mm : une plaque et un pion (microstructure C)

Les tailles des endommagements interfaciaux pour les diamètres de choc 3 mm (L/d = 0,8), sont très proches entre la plaque et le pion, et ne permettent pas de ressortir une différence notable entre les deux géométries d'échantillon.

Les courbes LASAT-2D de la figure 7.4 présentent une allure proche et un arrangement identique à ceux obtenus pour les pions analysés dans la figure 7.1.

L'examen des courbes LASAT-2D pour une même microstructure, type B pour la figure 7.3 et, type C pour la figure 7.4, montre que l'essai LASAT ne dépend pas du type d'échantillon (pion ou plaque). Donc, l'analyse des résultats obtenus sur pions ou sur plaques peuvent être rassemblés sous la réserve que les conditions d'épaisseur, de

microstructure et de préparation de l'interface soient similaires.

7.2 LASAT-2D sur revêtements barrières thermiques modifiés

Dans la partie précédente, les effets des paramètres de l'essai LASAT ont été étudiés qualitativement par l'acquisition des courbes LASAT-2D sur des barrières thermiques de référence fabriquées pour les aubes de turbines hautes pressions. Sur ces dépôts, il a été établi les paramètres opératoires les mieux adaptés pour la caractérisation de la tenue mécanique des interfaces par l'essai de choc laser sur éprouvettes témoins brutes d'élaboration. Dans la partie ci-après, la structure colonnaire de la zircone, la composition de la sous-couche et aussi sa préparation de surface sont étudiées par la réalisation des courbes LASAT-2D sur des échantillons bruts et ensuite vieillis par cyclage thermique (à 100 et 200 cycles).

7.2.1 Influence de la microstructure de la zircone

Durant la thèse, cinq familles de microstructures (A à E) ont été distinguées et classées dans le chapitre 3. Cependant, du fait de leurs propriétés optiques, l'observation des taches blanches n'est pas possible pour les familles D et E (partie 5.1). Dans ce paragraphe, le rôle de la microstructure, sur la taille des décohésions générées par LASAT, est étudiée à partir des courbes LASAT-2D obtenues sur les microstructures A, B et C car le dimensionnement des décohésions est ici réalisé par mesure de la tache blanche.

Les courbes LASAT-2D, obtenues par la mesure de la tache blanche sur trois pions de préparations identiques mais avec différentes microstructures (A, B et C), sont rassemblées dans la figure 7.5. Les courbes des trois familles de colonnes ne se superposent pas. Les pions de type A donnent des diamètres de taches toujours supérieurs aux pions de type B et C. Qualitativement, ceci se traduit par un décalage vers le haut des courbes LASAT-2D. L'écart entre les microstructures de type A et C est de l'ordre de 1 à 1,5 mm de diamètre pour une même condition de choc.

Sur la base de ces résultats et malgré un nombre de points qui peut limiter la représentativité des courbes LASAT-2D, il apparaît que la microstructure de la zircone modifie le résultat LASAT et deux interprétations sont alors possibles.

Dans l'hypothèse que les différentes microstructures n'affectent pas drastiquement les ondes de choc, les courbes LASAT-2D traduisent qualitativement une adhérence plus faible pour les zircones de type A.

Néanmoins, ces ondes de choc peuvent être affectées par la nature de la microstructure plus ou moins dense et avec des morphologies de colonnes assez différentes, qui peuvent modifier la propagation et surtout l'atténuation de l'onde de choc. La microstructure

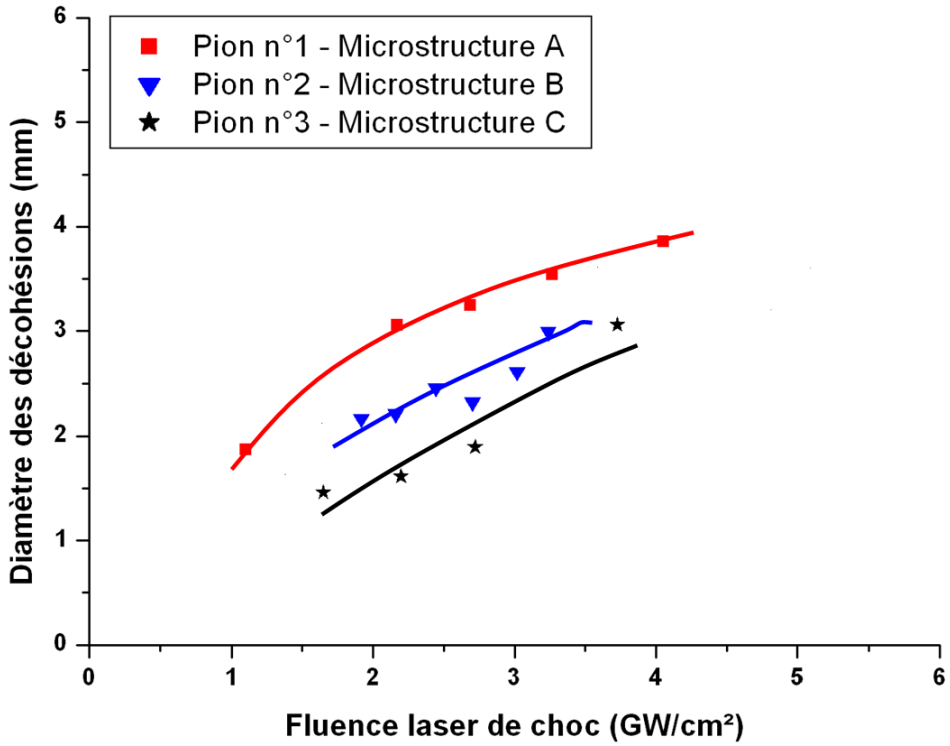


Figure 7.5 – Courbes LASAT-2D obtenues sur trois microstructures (A, B et C) de barrière thermique EB-PVD d'épaisseurs égales (diamètres de choc de 3 mm, $L/d = 0{,}8$)

plus désordonnée (empilement de cristaux) de la zircone de type C peut provoquer une atténuation de l'onde de choc qui se traduirait par une contrainte appliquée à l'interface plus basse par rapport à une zircone de type A (colonnes constituées d'un seul cristal de zircone). Ceci entrainerait un diamètre de décohésion plus petit pour une même tenue de l'interface. En l'état actuel de la connaissance des propriétés de la zircone colonnaire vis-à-vis d'une onde de choc, il n'est pas possible de confirmer ou d'infirmer cette hypothèse.

Il ressort donc de l'examen de ces courbes que la connaissance préalable du type de microstructure est une donnée importante pour la mise en œuvre robuste de l'essai LASAT-2D.

7.2.2 Influence de la sous-couche et de sa rugosité

Afin d'établir le potentiel de l'essai LASAT pour caractériser des barrières thermiques différentes, quatre gammes d'élaborations ont été sélectionnées (paragraphe 2.1.2) pour produire quatre familles de systèmes revêtus qui diffèrent soit par la composition soit par l'état de surface de la sous-couche. La première préparation, notée I, est la référence, se rapprochant des barrières thermiques industrielles. Elle sera appelée par l'appellation "sablage standard". La préparation II a eu le même sablage de la sous-couche. Par contre cette dernière ne possède pas de Pt dans sa composition. Ensuite la préparation III pos-

sède une sous-couche conventionnelle avec Pt, comme la préparation I, mais un sablage à pression élevée a été appliqué avant le dépôt de zircone par EB-PVD. La dernière préparation IV, est composée d'une sous-couche avec Pt qui a été polie au drap SiC600 avant EB-PVD. Les étapes d'élaboration et aussi les caractérisations des quatre préparations sont détaillées respectivement dans les parties 2.1 et 4.1.

Les courbes LASAT-2D représentatives des quatre préparations de pions bruts d'élaboration sont reportées dans la figure 7.6. Seuls les résultats des microstructures type A sont présentées. Les résultats des échantillons de microstructure C n'ont pas été conservés car ils diffèrent fortement, en accord avec les observations du paragraphe 7.2.1, et affecteraient donc la cohérence du graphique. Les relevés pour deux échantillons sont distincts et différenciés par le remplissage des marqueurs sur la figure 7.6. Cette différentiation a pour but de détecter une éventuelle variation autour d'une même courbe LASAT-2D entre deux pions supposés identiques.

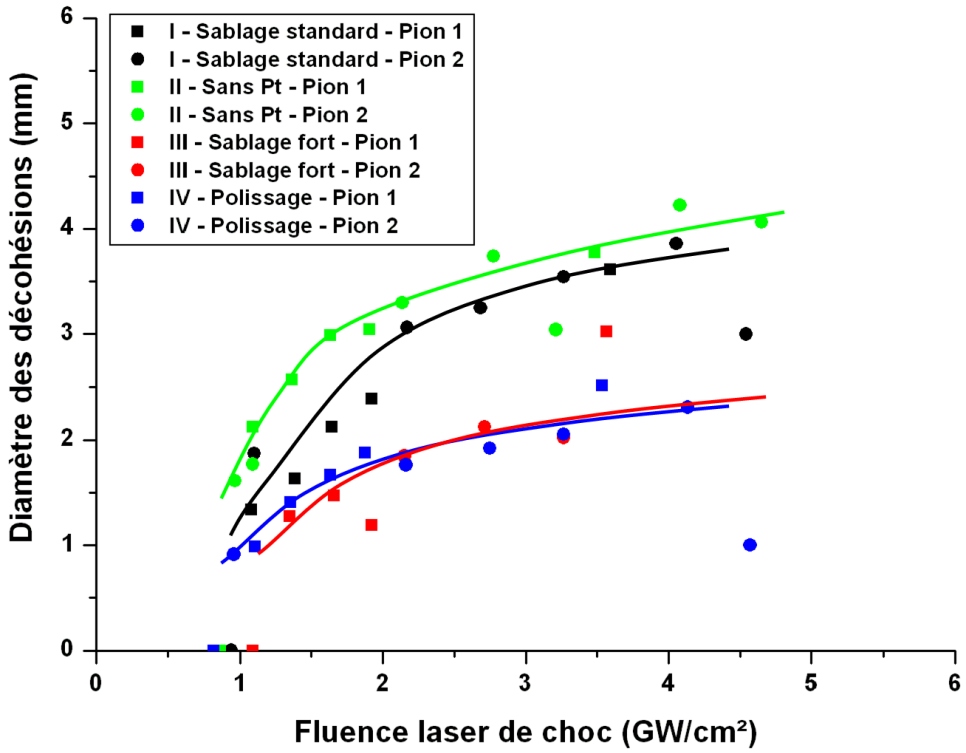


Figure 7.6 – Courbes LASAT-2D pour les préparations d'interfaces I à IV de barrières thermiques EB-PVD de microstructure type A brutes d'élaboration

Sur la figure 7.6, le relevé qui correspond aux pions de barrières thermiques de la préparation II (sans Pt dans la sous-couche) présente les plus grands diamètres de décohésion. Dans une fourchette moins élevée, se trouve la courbe LASAT-2D de la préparation I, avec sablage standard. Plus bas en diamètre, les préparations particulières de la sous-couche avec un sablage fort (préparation III) ou avec polissage (préparation IV) donnent des allures de courbes comparables entre elles. Pour chacune des préparations d'interface, il

n'est pas possible de différencier les points de mesure selon qui sont de l'un ou de l'autre des deux pions choqués. Les quatre courbes reproduisent bien les allures prédites par la modélisation numérique sur ABAQUS.

D'après la position relative des courbes LASAT-2D, il est possible de classer qualitativement les niveaux d'adhérence de chacune des préparations d'interfaces. Les dépôts les plus adhérents à l'état brut d'élaboration sont les préparations III et IV qu'il est difficile de distinguer entre-elles. L'interface la moins résistance est la préparation II, sans Pt. La préparation I (sablage standard) est proche de cette dernière mais semble légèrement plus résistante, avec des tailles de décohésions moins élevées qui traduisent cependant une interface relativement fragile en comparaison des lots III et IV.

Ce classement de la résistance interfaciale (IV et $III > I > II$) obtenu par LASAT peut surprendre s'il est mis en relation avec les observations des interfaces brutes d'élaboration (paragraphe 4.1.1, figure 4.1). La préparation II, sans Pt, présente dès l'élaboration de nombreux défauts de liaison dans la couche d'alumine qui apparaît souvent décollée localement de la sous-couche (Fig. 4.1(b)). Cela explique le niveau d'adhérence le plus faible révélé avec les courbes LASAT-2D. En revanche, les trois autres préparations ne montraient ni de défauts prononcés ni de différences entre elles autre que leur rugosité. Pour les interfaces I et III brutes d'élaboration avec une couche d'alumine peu épaisse sur une sous-couche sablée, plus le chemin de fissuration est élevé et moins la fissure est grande. Ainsi, la préparation III au sablage fort, et donc à la rugosité supérieure, donne des tailles de décohésions par LASAT-2D moins élevées que la I. Cependant, les résultats d'adhérence issus de l'examen des courbes LASAT-2D de la figure 7.6 ne confirment pas cette hypothèse reliant rugosité et adhérence si la préparation IV est considérée. Il est probable que cela soit vrai pour les rugosités élevées, mais qu'en abaissant la rugosité sous une valeur seuil (cas du polissage dans cette étude), la fissure à propager ne dispose plus de ces défauts morphologiques à l'interfaces qui interviennent pour amorcer et coalescer avec d'autres en une fissure macroscopique entre l'alumine et la zircone. D'ailleurs, les coupes sur la préparation polie (Fig. 4.1(d)) ne montrent absolument aucun défaut interfacial. Il serait intéressant d'approfondir ce point en étudiant plus finement l'effet de la rugosité initiale. Par exemple, pour déterminer à quelle valeur de Ra l'interface est-elle la plus fragile ? Ou aussi, vers quelle valeur d'adhérence limite tend une interface "parfaite" (de rugosité la plus faible possible) ? Ou encore quelle adhérence possèderait une interface contrôlée par texturation de la surface ? L'objectif étant de faire la balance entre d'un côté, l'apport de la rugosité pour limiter la propagation de la fissure, et de l'autre côté l'aspect néfaste de la rugosité qui est responsable de défauts à l'interface dès l'élaboration de la barrière thermique.

Sur la figure 7.6, le "seuil LASAT" n'a pas encore été évoqué. Cette méthodologie (paragraphe 1.2.3.5) qui consiste à relever l'énergie pour le passage d'un choc sans endommagement à un choc avec endommagement en augmentant la fluence laser, n'est pas

de rigueur dans cette thèse. Comme visible sur la figure, les quatre marqueurs situés sur l'axe de la fluence laser, correspondent aux chocs les plus intenses pour lesquels aucun défaut n'a été observé. En accord avec les positions des courbes LASAT-2D, la préparation IV possède un seuil LASAT le plus élevé. En revanche, le seuil de la préparation III apparaît comme le plus faible, tandis que la courbe LASAT-2D traduit une résistance mécanique de l'interface comparativement élevée. En s'appuyant sur ces résultats et aussi sur la facile différenciation apportée par les courbes LASAT-2D, l'identification des "seuils LASAT" n'a pas été approfondie durant cette thèse car elle apparait beaucoup plus incertaine et moins sensible.

L'essai LASAT-2D permet une discrimination suffisamment sensible pour différencier les diverses préparations sur barrières thermiques brutes d'élaboration.

7.2.3 Vieillissement par cyclage thermique

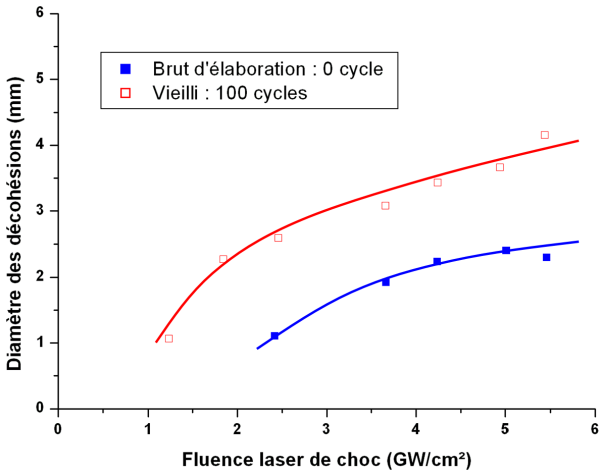
7.2.3.1 100 cycles sur échantillons standards

L'essai de cyclage thermique à 1100°C sous air est pratiqué industriellement sur pion pour caractériser la tenue d'une barrière thermique EB-PVD dans des conditions thermomécaniques approchant celles d'une turbine. L'essai LASAT permet de quantifier et qualifier la tenue mécanique d'un revêtement à différents stades de la vie de la barrière thermique. Un cyclage thermique interrompu à 100 cycles d'une heure a été pratiqué sur des échantillons. À la suite de ce vieillissement, les barrières thermiques ont été choquées par LASAT afin de tracer les courbes LASAT-2D en vue de les comparer avec celles sur échantillons bruts d'élaboration (0 cycles).

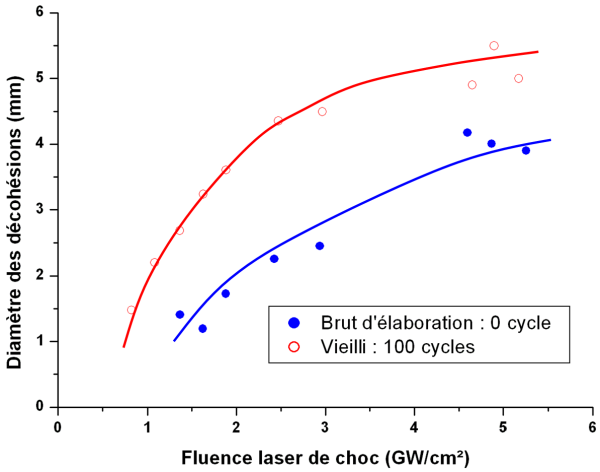
Les faciès de rupture interfaciale au niveau de la couche d'alumine, suite à un essai LASAT, sont très similaires entre les barrières thermiques brutes et les barrières thermiques vieillies 100 cycles (partie 4.3) malgré les modifications engendrées par le cyclage. Il paraît donc raisonnable de comparer les courbes obtenues pour les deux systèmes avec différents rapports L/d. Les figures 7.7(a), 7.7(b) et 7.7(c) résument les courbes LASAT-2D par mesure des taches blanches obtenues sur une plaque vieillie 100 cycles et une plaque non vieillie (0 cycles), pour des diamètres de choc respectivement fixés à 2, 3 et 4 mm. Les deux plaques sont de la même épaisseur totale (2,4 mm) et de la même microstructure de zircone (type C).

Les éléments de discussion suivants sont attribués aux trois courbes LASAT-2D de la figure 7.7.

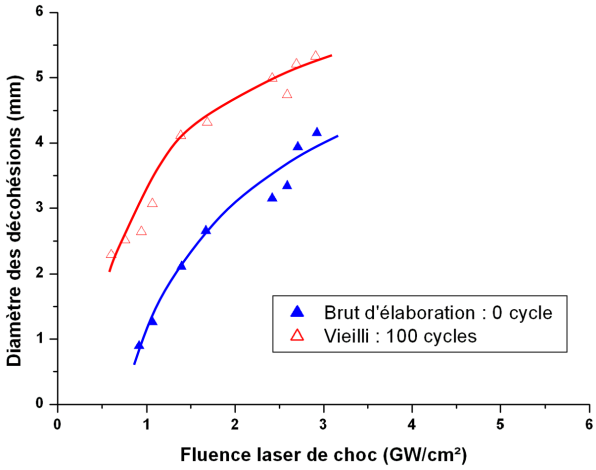
Quelque soit le rapport L/d, les diamètres des décohésions par LASAT sont toujours plus grands sur barrières thermiques vieillies 100 cycles par rapport aux barrières thermiques brutes (0 cycles). Les courbes LASAT-2D tracées ne se coupent pas et paraissent même parallèles entre elles. Plus le diamètre de choc est élevé, plus le début de la courbe est raide en comparant des barrières thermiques avec le même état de vieillissement.



(a) Diamètre de choc 2 mm, rapport $L/d = 1{,}2$



(b) Diamètre de choc 3 mm, rapport $L/d = 0{,}8$



(c) Diamètre de choc 4 mm, rapport $L/d = 0{,}6$

Figure 7.7 – Courbes LASAT-2D sur barrière thermiques EB-PVD (microstructure type C) brutes d'élaboration et vieillies 100 cycles d'1H à 1100°C sous air

Le cyclage thermique est le seul point différenciant les échantillons. Donc, seules les modifications microstructurales décrites dans la partie 4.2 peuvent expliquer ces différences. Le cyclage affecte essentiellement la couche d'alumine et la structure colonnaire de la zircone EB-PVD. Les courbes LASAT-2D montrent que le cyclage thermique augmente la taille de la fissuration. La forme des courbes LASAT-2D, qui paraissent parallèles pour une même configuration de choc, démontre que les modifications induites par le cyclage thermique, sur les couches de la barrière thermique, ne modifient pas significativement la propagation des ondes de choc entre un échantillon brut et un échantillon vieilli. En effet, si cela était le cas, la forme des courbes serait modifiée car le profil radial de chargement à l'interface ne serait pas conservé. Ici, les allures parallèles des courbes LASAT-2D vont dans le sens que la différence entre les tailles des décohésions sont justes induites par une différence, soit de contrainte appliquée à l'interface, soit de l'adhérence.

Il est fort probable que ces deux aspects prennent chacun une part non négligeable sur l'augmentation des diamètres des décohésions avec le vieillissement.

La structure colonnaire de la zircone se raidit avec le cyclage thermique (partie 4.2.1). Des liaisons se forment par frittage entre les colonnes. La microstructure se prête alors plus à une propagation avec une atténuation moindre de l'onde de choc, réduisant donc la diminution de l'intensité d'une onde pendant son parcours dans la zircone. Alors, il peut être sérieusement envisagé, qu'entre deux échantillons parfaitement identiques à l'origine, mais dont l'un a été modifié par du cyclage thermique, un même tir LASAT génère une intensité de contrainte à l'interface plus élevée dans ce dernier. Cependant, cette différence qui existe probablement est très limitée par l'épaisseur faible de la zircone traversée.

Le second point se base sur les modifications observées au niveau de la couche d'alumine et en particulier de son interface avec la zircone. Le paragraphe 4.2.2 a décrit la croissance en épaisseur de la couche d'alumine ainsi que l'évolution de son profil avec le nombre de cycles thermiques subis. La formation de cavités ou de microfissures entre la zircone et l'alumine est une des conséquences d'un vieillissement. Pour des nombres de cycles extrêmes, c'est la coalescence de ces défauts qui entraine l'écaillage soudain de la zircone. Ici, les 100 cycles thermiques d'1 heure à $1100°C$ sous air génèrent déjà des défauts entre la zircone et l'alumine (Fig. 4.4). Pendant un tir LASAT, le passage de l'onde de choc sur cette interface va la fissurer d'autant plus facilement que la densité de fissures et de cavités sera importante. Ainsi, si l'interface est pré-endommagée par cyclage thermique, elle nécessitera une contrainte moins grande pour être rompue. En reprenant la modélisation numérique du paragraphe 6.3.3, cet abaissement de la contrainte de rupture par le cyclage thermique explique le déplacement des courbes LASAT-2D entre une barrière thermique vieillie et une barrière thermique brute d'élaboration.

Le fort décalage vers le haut qui est avéré entre les courbes LASAT-2D est de bonne augure dans la perspective d'utiliser cet essai pour qualifier et quantifier la tenue d'un dépôt. En effet, une barrière thermique est acceptée si elle tient 500 cycles avant son écaillage.

Ici, dès 100 cycles, la différenciation est claire par LASAT-2D entre deux revêtements. L'essai LASAT-2D présente donc une sensibilité intéressante pour juger rapidement de la dégradation d'une barrière thermique au bout d'un nombre donné de cycles. Cette utilisation peut être envisagée pour comprendre la cinétique de dégradation de l'interface zircone/alumine cycle après cycle.

7.2.3.2 200 cycles sur échantillons avec sous-couches modifiées

Le classement de l'adhérence de pions bruts d'élaboration avec différentes conditions d'interfaces à partir des courbes LASAT-2D (paragraphe 7.2.2) peut être réétudié sur les mêmes préparations après un nombre donné de cycles thermiques. Dans le paragraphe 7.2.3.1, les échantillons avec sablage standard (préparation I) avaient été vieillis 100 cycles et ensuite choqués par LASAT avec différentes configurations de rapport L/d. Dans cette partie de l'étude, trois pions de chaque préparation d'interface sont vieillis ensemble jusqu'à 200 cycles thermiques d'1H à 1100°C sous air. Après ce vieillissement, les pions sont choqués par LASAT avec le même rapport $L/d = 0{,}8$. Les diamètres des taches blanches sont mesurés et les courbes LASAT-2D sont compilées. Les relevés des taches blanches de la préparation II, sans Pt, ne sont pas exploitables car les trois échantillons ont totalement écaillé pendant la réalisation des chocs laser. Ces écaillages ont été soudains. En effet, aux faibles fluences laser, aucun endommagement n'était constaté (pas de tache blanche). Mais après l'application d'un choc de densité de puissance plus élevée, l'intégralité de la couche de zircone s'est détachée du substrat qui a été mis à nu. De plus, comme lors des essais sur pions bruts d'élaboration (paragraphe 7.2.2), chaque préparation (de I à IV) était composée de deux pions de microstructure A et d'un pion type C. Ici encore, les taches blanches des microstructures C sont fortement décalées et ont alors été supprimées des relevés présentés.

Les trois préparations (I, III et IV) qui ont pu être exploitées sont compilées pour le tracé des courbes LASAT-2D sur la figure 7.8. La préparation IV, avec polissage de la sous-couche, donne les décohésions les plus petites, variant de 1 à 3 mm. Pour de mêmes fluences laser, les préparations I et III, respectivement le sablage standard et le sablage fort, conduisent à des décohésions de 2 à 3 fois plus étendues avec des diamètres variant de 1,5 à 6 mm. Par ailleurs, les courbes LASAT-2D des préparations I et III se superposent presque, traduisant une résistance interfaciale très proche voire identique.

L'écaillage complet par LASAT des pions sans Pt dans la sous-couche est dû aux nombreux défauts (pores et fissures) de taille suffisante pour que le choc laser, qui génère des décohésions de l'ordre du mm en diamètre, entrainent la propagation de la fissure sur la totalité de la surface. Il est probable que le même phénomène d'écaillage total sous LASAT se produirait également sur les autres préparations (I, III et IV) mais avec des vieillissements plus importants.

L'examen de la courbe LASAT-2D de la préparation IV (Fig. 7.8), avec polissage

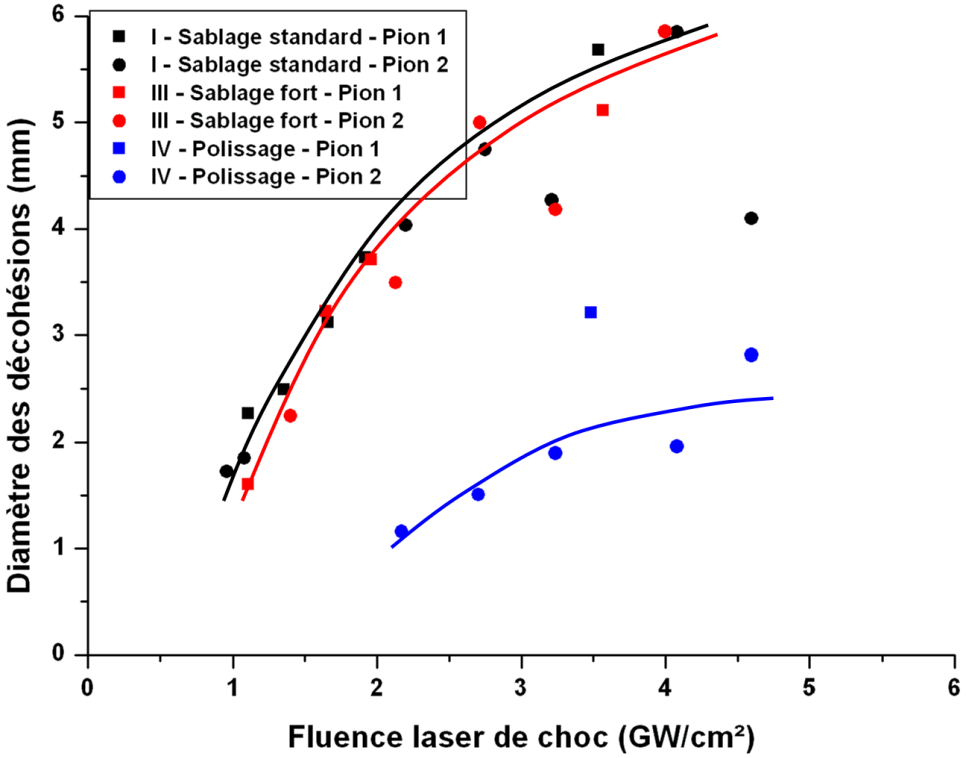


Figure 7.8 – Courbes LASAT-2D pour les préparations d'interfaces I, III et IV de barrières thermiques EB-PVD de type A après 200 cycles à 1100°C

de la sous-couche, montre la meilleure tenue mécanique de l'interface qui est préservée après cyclage thermique (200 cycles). L'adhérence forte est prouvée expérimentalement par la taille réduite des fissures obtenues comparativement aux autres préparations. En comparant les figures 7.8 et 7.6, il est intéressant d'observer que la préparation III (sablage fort), montre une adhérence très proche de la préparation IV (polissage) juste après l'élaboration. Après 200 cycles thermiques, l'adhérence issue du sablage prononcé s'est dégradée pour atteindre une adhérence proche de la préparation I (sablage standard). Cette évolution peut être expliquée avec les observations par coupes métallographiques qui permettent d'observer que plus la rugosité d'origine est élevée (Fig. 4.1), plus de fissures et de cavités entre la couche d'alumine et la couche de zircone après cyclage thermique seront visibles (Fig. 4.2). C'est à partir de ces défauts que les ondes de choc amorcent facilement la fissuration.

Le classement des résistances interfaciales des quatre préparations donne pour un état brut d'élaboration : $IV \approx III > I > II$. Après 200 cycles thermiques, il devient : $IV > I \approx III > II$.

Il faudrait réaliser des essais en prélevant des pions pour différents nombres de cycles thermiques afin d'étudier plus précisément l'effet du cyclage thermique sur l'évolution de l'adhérence. Dans cette étude, le nombre d'échantillons à disposition n'a pas permis cela. Néanmoins, avec ces résultats, il semble bien qu'une interface très rugueuse obtenue par

un sablage intense se dégrade fortement durant les 200 premiers cycles thermiques. Il serait intéressant d'encadrer mieux cette dégradation par des mesures LASAT-2D sur des vieillissements interrompus.

7.2.4 Courbes LASAT-2D et abaques numériques d'adhérence

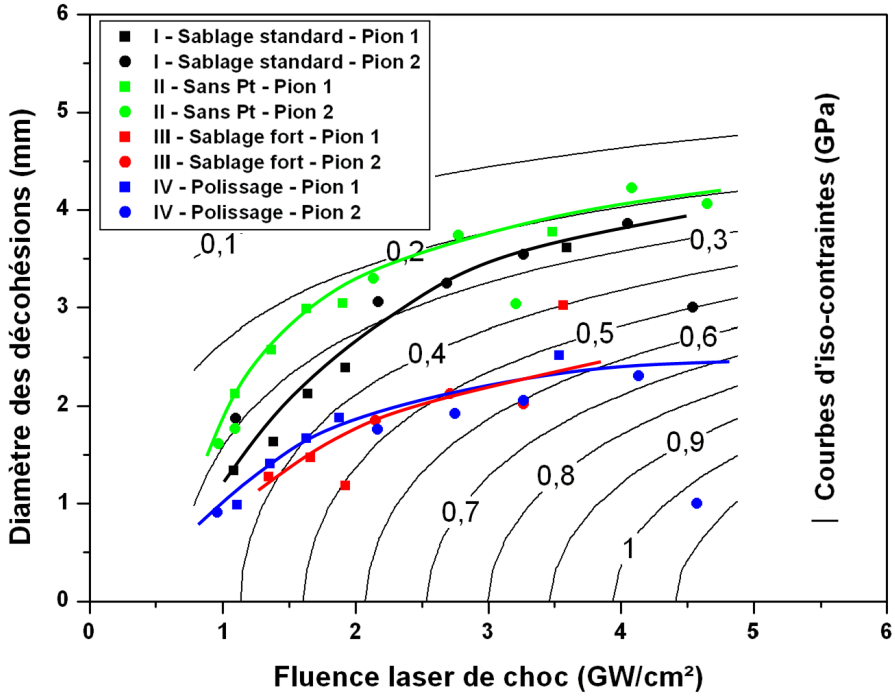
Les courbes LASAT-2D des quatre préparations de barrières thermiques de l'étude ont été présentées et comparées qualitativement entre-elles dans la partie 7.2.2, pour des échantillons bruts d'élaboration, et dans le paragraphe 7.2.3.2 pour des échantillons pré-vieillis 200 cycles d'1H à 1100°C. Le chapitre 6 a permis la mise en place d'un modèle numérique pour prédire la propagation des ondes de choc après un tir LASAT sur un système tricouche représentant une barrière thermique simplifiée. Pour une configuration de choc fixée, diamètre du spot laser et épaisseurs de la cible figés, le calcul numérique permet d'élaborer des abaques de contraintes maximales en tension appliquées à la couche d'alumine par les ondes de choc (Fig. 6.28). La figure 7.9 superpose les relevés expérimentaux (courbes LASAT-2D) aux abaques obtenus numériquement, avec dans un premier cas les échantillons bruts d'élaboration (Fig. 7.9(a)) et dans un second cas les échantillons vieillis 200 cycles (Fig. 7.9(b)).

Sur les échantillons choqués bruts d'élaboration, les préparations I et II sont proches des isocontraintes des abaques et leur adhérence obtenue est de 350 $\pm$ 50 MPa pour le sablage standard contre 300 $\pm$ 50 MPa pour la préparation sans Pt dans la sous-couche. Les élaborations III et IV ont des allures qu'il n'est pas possible de cerner par le réseau de courbes d'isocontraintes. Leurs courbes LASAT-2D sont beaucoup plus étalées et plates, de même courbure que l'isocontrainte de 100 MPa mais largement inférieures en diamètre. Il n'est pas possible de définir une valeur d'adhérence satisfaisante avec cet abaque.

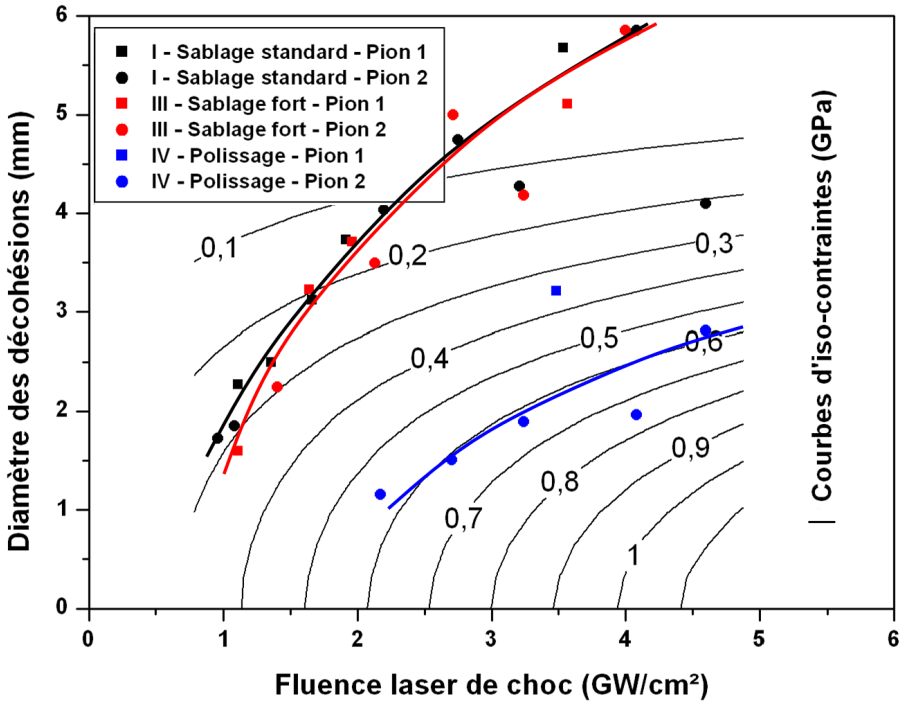
Pour les courbes LASAT-2D sur les différentes préparations vieillies 200 cycles, la situation est plutôt inversée. La préparation IV est très proche de l'allure des abaques et indique une adhérence de 600 $\pm$ 25 MPa. Les courbes LASAT-2D des préparations I et III sont avec des pentes beaucoup plus raides que les profils des isocontraintes et il n'est donc pas possible de leur déterminer ici une adhérence.

La comparaison des abaques obtenus numériquement avec les courbes LASAT-2D révèle les limites du modèle numérique. Les courbes LASAT-2D expérimentales ne respectent pas toujours le réseau d'isocontrainte. Cependant, cette différence ne remet pas en cause tout le modèle numérique, mais pose la question sur certaines hypothèses, comme le critère de rupture à appliquer, la prise en compte des contraintes résiduelles de la barrière thermique ou aussi la modélisation du pré-endommagement induit par le cyclage thermique.

Les abaques construits par le modèle numérique reposent sur l'hypothèse que l'endom-



(a) Barrières thermiques brutes d'élaboration



(b) Barrières thermiques vieillies 200 cycles

Figure 7.9 – Comparaison des courbes LASAT-2D expérimentales aux abaques d'adhérence obtenus par modélisation numérique (épaisseur totale des cibles : 2,4 mm, diamètre de choc : 3 mm).

magement est lié seulement à la contrainte appliquée par les ondes de choc dans l'alumine. Ainsi, les courbes d'isocontraintes obtenues ont été directement comparées aux tailles des décohésions. Seulement, le mécanisme de propagation de la fissure dans les différentes préparations va dépendre des défauts rencontrés. Certaines préparations sont plus promptes à laisser la fissure se propager en particulier si de nombreuses microfissures sont présentes (cas des préparations I et III vieillies). Si à l'opposé, la fissure n'a pas de point pour amorcer ou a trop d'obstacles à traverser, elle sera limitée (préparations III brute et IV brute et vieillie). Il est donc nécessaire de tester différents modèles de rupture et aussi d'envisager de modéliser une densité de défauts interfaciaux, fonction du nombre de cycle, entre l'alumine et la zircone

Le modèle de calcul a négligé un point très important qui est l'augmentation des contraintes internes dans la couche d'alumine, cycle après cycle. Ce phénomène d'accumulation des contraintes autour et au sein de la couche croissante d'alumine est responsable de l'écaillage soudain d'une barrière thermique après des centaines voire des milliers de cycles. Ici, l'abaque suppose le revêtement libre de toute contrainte résiduelle.

Les améliorations du modèle numérique peuvent passer par l'utilisation approfondie de la piézospectroscopie (partie 5.3) afin de prendre en compte les contraintes internes et les inclure dans le calcul par une loi reliée au nombre de cycles thermiques appliqués. Un deuxième critère doit être ajouté, représentant un taux d'endommagement de l'interface alumine/zircone, pour reproduire la formation et la croissance des microfissures avec le vieillissement. Cependant, ces deux phénomènes induits par cyclage (contraintes et endommagements locaux) sont dépendants aussi de la préparation de la barrière thermique. En d'autres termes, chaque préparation de barrière thermique s'endommage différemment cycle après cycle, et un modèle unique semble difficilement envisageable.

En l'état actuel, la modélisation numérique n'est pas suffisamment aboutie pour permettre de quantifier l'adhérence par comparaison des courbes LASAT-2D avec des abaques numériques.

7.3 LASAT-2D et durées de vie par cyclage thermique

L'utilisation du cyclage thermique afin de déterminer la durée de vie d'une barrière thermique et de qualifier une production est l'essai de référence dans le cas des dépôts EB-PVD. Cette partie va permettre de comprendre l'influence, sur les durées de vie en cyclage thermique, de la préparation de la barrière thermique ou de l'endommagement par LASAT avant le cyclage.

7.3.1 Durée de vie en cyclage thermique pur

Sur chacune des quatre gammes d'élaboration, trois pions (deux de type A et un de type C) ont été utilisés afin de déterminer la durée de vie en cyclage thermique selon la méthode standard industrielle. Les durées de vie obtenues sont rassemblées sous la forme d'un histogramme (Fig. 7.10). Sur la droite de cette figure, un tableau récapitule la valeur de durée de vie obtenue et la microstructure correspondante pour chaque échantillon. La moyenne de chaque préparation est représentée par une colonne sur le graphe avec une barre qui correspond à la valeur la plus faible et la plus élevée. La dispersion des résultats des durées de vie d'un même groupe est ainsi directement mise en évidence.

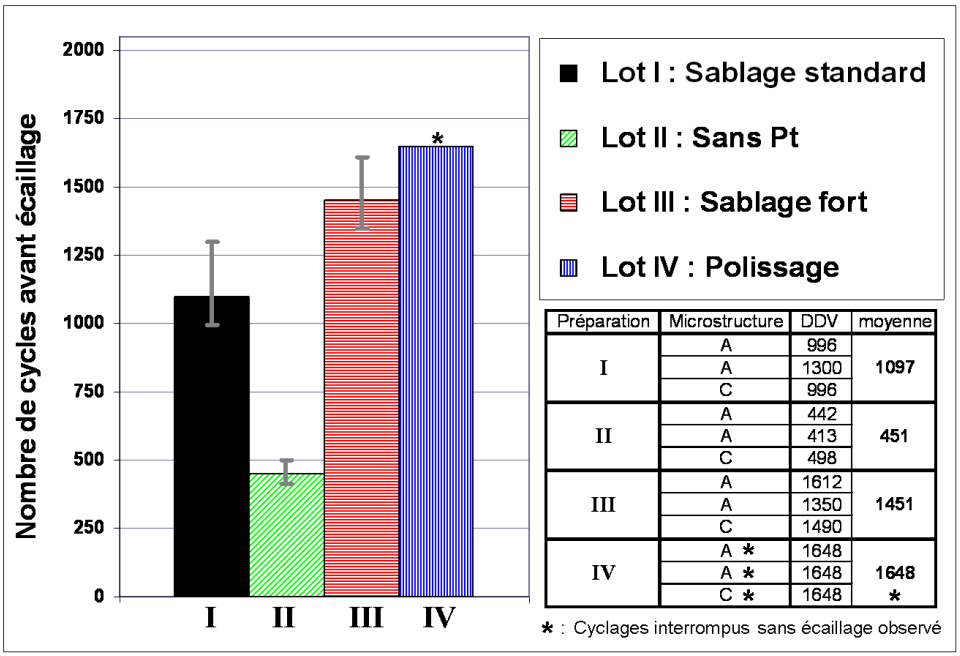


Figure 7.10 – Résultats de durées de vie en cyclage thermique d'1H à 1100°C sous air sur les préparations I à IV

La préparation I, avec sablage standard, conduit à une durée de vie moyenne de 1097 cycles qui est nettement supérieure à la limite requise industriellement (500 cycles).

Par contre, la préparation II (sans "Pt" dans la sous-couche) présente la durée de vie moyenne la plus faible avec 451 cycles, deux fois moins élevée que pour le sablage standard.

Les pions avec un sablage fort de la sous-couche, préparation III, donnent une durée de vie significativement supérieure au standard industriel avec 1451 cycles.

La préparation IV, avec la sous-couche polie préalablement au dépôt EB-PVD, présente des durées de vie supérieures à 1648 cycles. Pour cette préparation, aucun des trois échantillons n'a écaillé à ce nombre de cycles. Le cyclage thermique a été interrompu pour des raisons techniques afin de libérer l'équipement industriel.

Même si le nombre d'échantillons étudiés est réduit pour la statistique, il est intéressant de noter que la dispersion des valeurs est assez limitée pour chaque gamme et qu'il n'y a pas de superposition des tranches de durées de vie. Concernant une éventuelle influence de la microstructure de la zircone, aucune tendance n'est avérée. La microstructure de type C présente la plus basse durée de vie du lot I, la plus élevée du lot II et une valeur intermédiaire du lot III.

Les résultats relatifs à l'effet du sablage ou à l'absence de platine qui sont résumés dans la figure 7.10, peuvent être reliés avec plusieurs explications déjà établies dans la littérature. Les durées de vie des barrières thermiques sont fortement augmentées par l'ajout de Pt dans la sous-couche (Ni,Al). Une synthèse du rôle connu de cet élément est faite dans cette thèse aux paragraphes 1.1.2.2 et 2.1.2.

La rugosité de la sous-couche possède aussi un rôle important pour l'amélioration de la durée de vie. L'observation des interfaces des préparations I à IV brutes d'élaboration et vieillies 200 cycles est présentée dans le paragraphe 4.1.2. En comparant une même préparation entre son état brut et son état vieilli, l'évolution de la surface de la sous-couche apparait dépendante de sa rugosité initiale. Ainsi, plus la sous-couche sera rugueuse avant le procédé EB-PVD, plus sa rugosité est amplifiée par le cyclage thermique. Donc, une sous-couche polie sera sujette à une moindre augmentation de rugosité. Ainsi, même après plus de 1700 cycles à 1100°C, la préparation IV n'écaille pas car en l'absence de rugosité prononcée initialement, la formation des défauts à l'interface alumine/zircone est retardée. Ces cavités, ou fissures, et leur accumulation participe en revanche de façon importante à l'écaillage des autres préparations (I et III).

Reste une question, pourquoi les pions de préparation III (sablage fort) donnent une meilleure tenue à l'écaillage que la préparation I (sablage standard) ? Un sablage fort favorise plus la formation de cavités et de fissures entre l'alumine et la zircone après avoir subi un grand nombre de cycles thermiques. À 200 cycles, la préparation III présente une densité de défauts à l'interface alumine/zircone nettement plus importante que la préparation I (Fig. 4.2). L'alumine épouse la déformation de la sous-couche mais la raideur de la zircone ne permet pas à cette dernière d'accompagner les ondulations formées au cours du temps. Ceci donne naissance aux défauts caractéristiques montrés sur la figure 4.2. Pour écailler la zircone, il faut que ces défauts locaux croissent en taille et en nombre pour atteindre une densité critique pour laquelle l'interface ne pourra plus résister aux contraintes résiduelles. Or, une surface très rugueuse va limiter ce phénomène de coalescence entre défauts car le chemin à parcourir par la fissure est agrandi par la rugosité d'origine de la sous-couche. Quand cette rugosité est limitée en amplitude, les fissures et cavités sont plus promptes à se regrouper. Ceci est probablement une des principales raisons pour laquelle la préparation III (sablage fort) donne des durées de vie plus élevées que pour la préparation I (avec sablage standard). Pour approfondir ce point, des coupes métallographiques avec des vieillissements plus importants que 200 cycles permettraient

de suivre l'évolution de l'interface alumine/zircone.

Les écarts en durée de vie pour une même préparation (Fig. 7.10) sont considérés faibles, selon l'expérience industrielle, probablement à cause du nombre limité d'échantillons. Cependant, l'enlèvement de la zircone par polissage des chanfreins doit aussi jouer un rôle favorable sur la dispersion, car il supprime la propagation des décohésions qui amorcent sur la périphérie des pions. Ce polissage particulier (détaillé dans le paragraphe 2.1.4) contribue aussi sûrement aux valeurs élevées de durées de vie obtenues en comparaison aux résultats habituels pour les préparations standards. La lecture de la durée de vie au cycle prêt, par le système photographique (paragraphe 2.1.4), renforce également la véracité et minimise la dispersion.

Finalement, de l'examen de l'histogramme, il semble que la microstructure de type A ou de type C n'aie pas d'influence significative sur la durée de vie. Ces deux familles sont toutes les deux colonnaires, et ne se distinguent que par la structure interne de leurs colonnes comme décrit dans la partie 3.1. Cependant, ce sont ces espaces intercolonnaires du dépôt qui expliquent le comportement mécanique particulier des zircones par EB-PVD et permettent d'accommoder les dilatations et les contraintes associées au cyclage thermique. Les colonnes de type A et C jouent ce même rôle et donc, ne modifient pas la durée de vie en cyclage thermique. Pour la microstructure de type E, ce raisonnement n'est probablement pas valable. La famille E présente des espaces entre les colonnes bien plus grands et des largeurs de colonnes à la base plus grandes (Fig. 3.6) que les autres zircones de l'étude. Pour les mêmes raisons que précédemment, ceci peut être un avantage pour la tenue en cyclage thermique. En effet, au fur et à mesure des montées et descentes en température, un frittage entre les colonnes se réalise, et elles génèrent alors des liaisons entre elles. Ces fixations réduisent la capacité d'accommodation des contraintes de la structure colonnaire. Si les espaces entre les colonnes sont plus larges (cas de la microstructure E), le frittage est limité et le comportement "souple" de la zircone se conserve plus au cours des cycles. Cette hypothèse reste à vérifier par des essais de cyclage thermique sur cette famille.

7.3.2 Après endommagement interfacial par LASAT

L'essai LASAT-2D permet de créer des décohésions interfaciales circulaires de tailles variables. La présence de défauts préexistants au sein d'une barrière thermique peut avoir un grand intérêt pour les études de l'endommagement en cyclage thermique. Dans le cadre de cette thèse, cet aspect n'a pas été directement traité. Cependant, d'un point de vue industriel, il est intéressant de voir la nocivité d'un défaut d'interface de taille connue sur la durée de vie mesurée par cyclage thermique, notamment pour différentes préparations du revêtement.

Dans une première série d'essais, des pions bruts d'élaboration ont été endommagés

volontairement par LASAT-2D afin de générer des défauts et de comparer leur taille entre les quatre préparations de surface (résultats présentés dans le paragraphe 7.2.2). Les deux pions de microstructure A ont été mis ensuite en cyclage thermique pour déterminer leur durée de vie. La figure 7.11 rassemble les informations relatives aux durées de vie pour les quatre préparations ayant été choquées directement après l'élaboration, puis mises en cyclage thermique. L'ensemble de ces pions possédaient donc plusieurs taches blanches à leur surface, représentant chacune une fissure interfaciale. Les deux pions de la préparation II sans Pt dans la sous-couche, ont écaillé à 200 cycles thermiques. L'écaillage est survenu lors d'une interruption du cyclage et du prélèvement des échantillons pour les observer un par un.

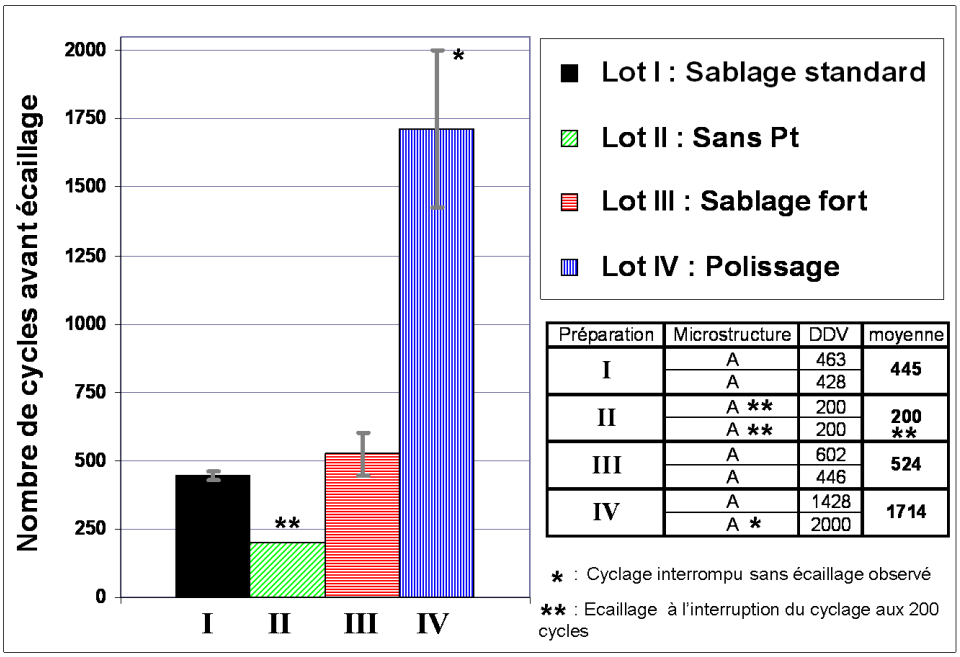


Figure 7.11 – Résultats de durées de vie en cyclage thermique d'1H à 1100°C sous air sur les préparations I à IV avec endommagement préalable par LASAT à 0 cycles

Une démarche similaire est appliquée dans une seconde série d'essais pour les échantillons ayant subi des tirs LASAT-2D après un vieillissement interrompu de 200 cycles. Les durées de vie totales, soit 200 cycles avant les chocs LASAT-2D puis le reste des cycles jusqu'à leur écaillage, sont présentés dans l'histogramme 7.12.

Pour les préparations I, III et IV, les figures 7.11 et 7.12 montrent que des valeurs de durée de vie bien inférieures à celles sur barrières thermiques non choquées (partie 7.3.1) sont obtenues. Les durées de vie des préparations avec sablage standard et fort (respectivement I et III) conduisent à des abattements de 50 à 66% par rapport aux barrières thermiques non choquées. Pour la durée de vie des barrières thermiques dont la sous-couche a été polie avant le dépôt EB-PVD, il y a une baisse avérée car il est possible d'écailler trois échantillons sur quatre avant 1600 cycles. Cependant, la comparaison ne

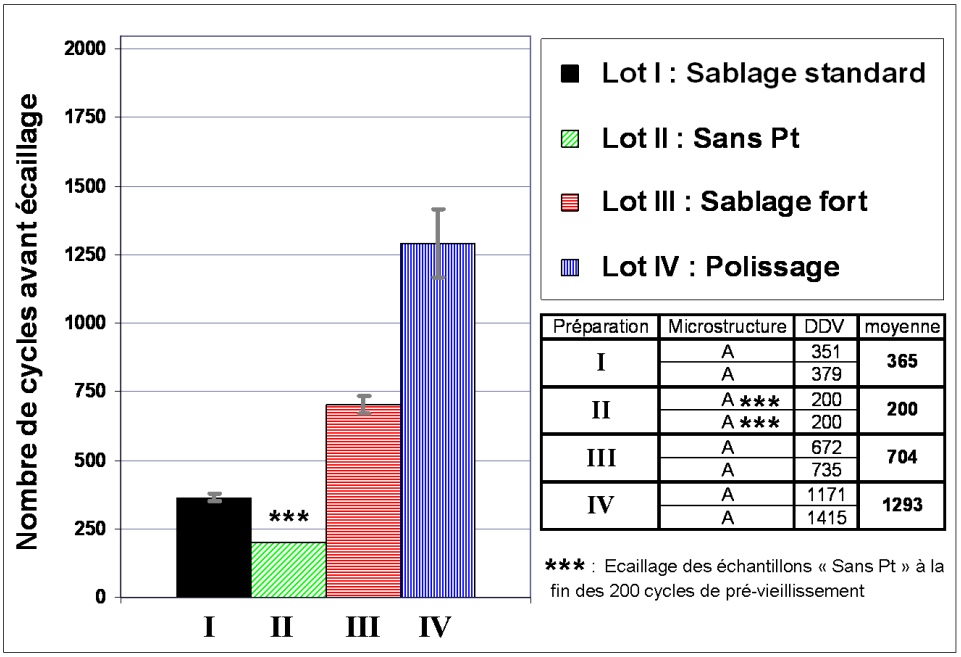


Figure 7.12 – Résultats de durées de vie en cyclage thermique d'1H à 1100°C sous air sur les préparations I à IV avec endommagement préalable par LASAT à 200 cycles

peut être faite de manière quantitative car les mesures de durées de vie n'ont pas été menées à terme pour les échantillons non choqués (1648 cycles).

Dans les deux procédures d'analyse de durée de vie avec pré-endommagement, les préparations préservent le même classement, lui même identique au classement "non choqué". Les interfaces polies (IV) offrent les plus grandes durées de vie, même en présence de défauts compris entre 1 et 3 mm de diamètre. Puis la préparation III avec un sablage fort suit, et enfin le sablage standard (préparation I) qui présente toujours la plus faible durée de vie de ces trois lots. Les pions sans Pt (II) sont dans tous les cas les plus critiques avec des durées de vie proches de 200 cycles.

Les défauts circulaires formés par LASAT à l'interface alumine/zircone varient de 1 à 6 mm de diamètre. Cette taille de fissure est importante car elle conditionne une déformation de la zircone et la formation d'un bombé plus ou moins prononcé (paragraphe 5.2). Cependant, comme la zircone reste présente et ne se fissure pas dans son épaisseur, cela entraine un report des contraintes de déformation sur la pointe de la fissure de la décohésion. Il y a alors une zone critique autour de chaque décohésion. Une décohésion par LASAT-2D concentrera d'autant plus d'énergie qu'elle sera étendue. Les cyclages thermiques suivants le choc LASAT augmentent les contraintes autour de l'interface alumine/zircone et aussi la densité de microfissures à l'interface. L'énergie accumulée au niveau des macro-fissures par LASAT exige un vieillissement bien moindre pour passer à l'étape d'un écaillage total en comparaison à un dépôt non endommagé préalablement. Les échantillons sans Pt (préparation II) et vieillis 200 cycles, qui ont écaillés soudainement pendant les tirs LA-

SAT ont subit ce phénomène. Le cyclage thermique de 200 cycles génère une interface dont l'énergie de rupture est très basse. La moindre décohésion par LASAT-2D induit un défaut avec une contrainte en pointe de fissure suffisante pour propager la fissure sur l'ensemble du pion.

Dans les études à venir, il est déjà envisagé d'observer l'influence de la taille d'une décohésion générée par LASAT-2D. Comme cela a été décrit dans la partie 7.1, il est possible de réaliser des défauts de tailles variables. Il serait intéressant de réaliser sur différents pions, des décohésions de diamètres bien distincts et ensuite de déterminer les durées de vie en cyclage thermique. Ici, un même pion possédait plusieurs décohésions de tailles très différentes et il n'était donc pas possible de voir directement l'effet de la surface de la décohésion sur la durée de vie finale. Il est fort probable que plus la taille de la fissure par LASAT est importante, plus la durée de vie sera abaissée. Il serait alors possible de définir une taille critique d'un défaut (responsable d'un écaillage large et soudain) à un instant de la vie d'une barrière thermique (à un nombre donné de cycles).

7.3.3 Comparaisons aux courbes LASAT-2D

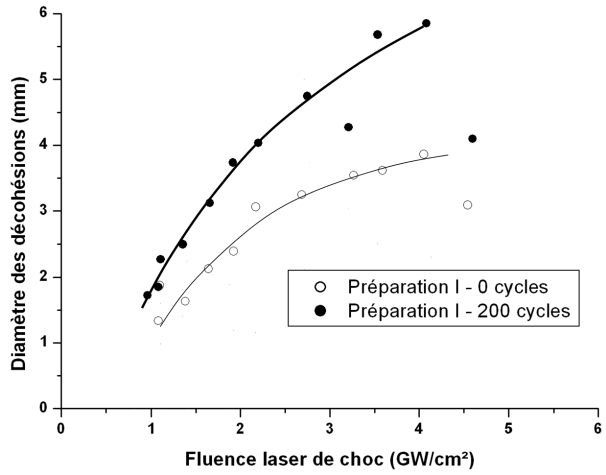
La partie précédente a permis de classer entre-elles les adhérences mesurées par LASAT-2D des quatre préparations brutes d'élaboration et aussi vieillies 200 cycles d'1H à 1100°C sous air. Les courbes LASAT-2D (figures 7.6 et 7.8) peuvent être regroupées pour analyser l'évolution de la résistance mécanique de chacune des préparations entre 0 et 200 cycles. Elles sont réunies dans la figure 7.13 pour les préparations I avec sablage standard, III avec sablage fort et IV avec polissage de la sous-couche. La préparation II sans Pt n'est pas considérée car la mesure des courbes LASAT-2D n'a pas pu être réalisée sur les échantillons vieillis 200 cycles (paragraphe 7.2.3.2).

Pour les préparations I et III (figures 7.13(a) et 7.13(b)), les courbes LASAT-2D des interfaces cyclées sont positionnées toutes les deux plus haut que celles des échantillons bruts. Donc, pour un même choc laser, une interface vieillie à 200 cycles donne une décohésion toujours plus grande. Cela montre bien que le cyclage thermique est responsable d'une dégradation de la résistance mécanique de l'interface par la formation de défauts entre la zircone et l'alumine. La barrière thermique préparée avec un sablage fort (préparation III) se dégrade beaucoup plus vite sur les 200 premiers cycles que le sablage standard (préparation I), pour les raisons évoquées dans la partie 7.2.3.2. Cette cinétique de dégradation doit par la suite être limitée, car au final, la durée de vie de la préparation III est supérieure à celle de la préparation I.

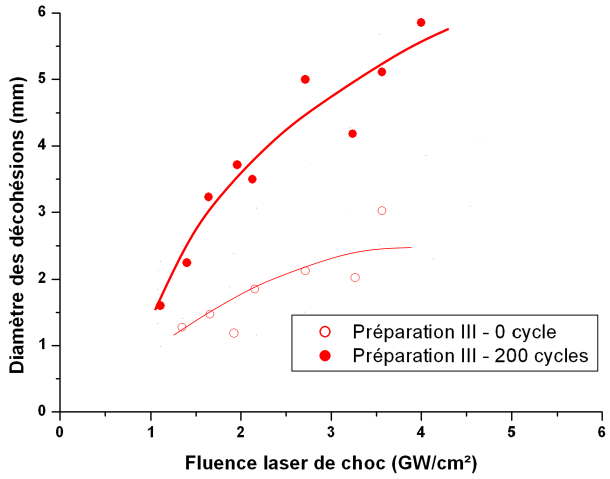
Par contre, sur la figure 7.13(c), la préparation IV (polissage de la sous-couche) évolue différemment. Les pions vieillis à 200 cycles donnent des décohésions plus petites, donc une adhérence plus élevée, que les pions non cyclés. Pour ces barrières thermiques dont la sous-couche a été polie (préparation IV), avant l'étape de dépôt de zircone par EB-PVD, les

résultats sont inverses aux tendances généralement admises. En effet, la tenue mécanique interfaciale mesurée par LASAT augmente pendant les 200 premiers cycles thermiques. Ce résultat est appuyé par le décalage de la courbe mais aussi du seuil LASAT (apparition de la première décohésion). Cependant, en examinant les interfaces (parties 4.1.1 et 4.1.2), ce résultat peut être expliqué. En effet, après 200 cycles thermiques, une interface issue d'un polissage ne présente aucun défaut (cavité ou fissure) car la rugosité ne s'est pas ou peu développée. En parallèle, le phénomène de frittage a opéré notamment sur la base des colonnes de zircone. En revanche, à l'élaboration, ces dernières étaient plus dissociées et plus fragiles de part leur petite taille. C'est pour cela que le LASAT endommage préférentiellement dans les premiers micromètres de la couche de zircone brute d'élaboration. Le frittage de ces petites colonnes entre elles rend la zone d'interface plus résistante et moins favorable à la formation et à la propagation d'une fissure. Pour autant, l'interface d'une barrière thermique, dont la sous-couche a été polie, se dégrade aussi par cyclage thermique et conduit à un écaillage mais pour des vieillissements importants supérieurs à 1600 cycles. D'ailleurs, un pré-endommagement par LASAT de cette préparation réduit sa durée de vie en cyclage thermique. Donc, même si l'essai LASAT-2D a montré une augmentation de la résistance interfaciale sur les 200 premiers cycles, cela évoluera vers un abaissement mais pour des vieillissements supérieurs. Les courbes LASAT-2D pour la préparation IV ne sont pas parallèles et se rejoignent pour les hautes fluences de choc. Ceci traduirait peut être une différence dans la configuration de choc. Pourtant, les diamètres des choc (3 mm) et les épaisseurs des échantillons (2,4 mm) sont identiques entre les pions bruts d'élaboration et vieillis 200 cycles. Une première hypothèse sur cette différence viendrait de la propagation différente des ondes 2D dans la zircone. Sa modification mécanique par le frittage en cyclage thermique favoriserait la propagation des ondes semi-circulaires dans la direction transverse à l'épaisseur de la zircone. En revanche, un dépôt brut se prête moins à la propagation des ondes de choc 2D car les espaces intercolonnaires limitent le passage d'une onde. Il est aussi possible que la différence entre les courbes LASAT-2D ne traduise qu'une évolution des mécanismes de rupture sous choc de l'interface entre un échantillon de préparation IV brut et un vieilli.

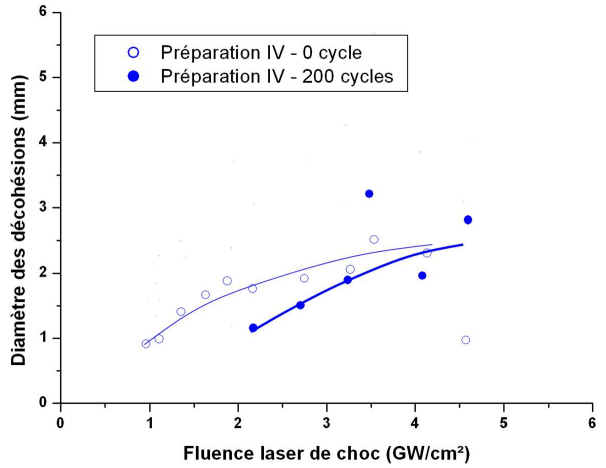
L'étape suivante de l'étude serait d'identifier l'évolution des résistances interfaciales en fonction du nombre de cycles par la réalisation de tirs LASAT-2D pour différents vieillissements. Il serait alors possible d'identifier les différentes étapes de la dégradation des interfaces pour chaque préparation d'origine.



(a) Préparation I : Sablage standard



(b) Préparation III : Sablage fort



(c) Préparation IV : Polissage

Figure 7.13 – Courbes LASAT-2D entre 0 et 200 cycles pour les préparations I, III et IV (pions d'épaisseur totale 2,4 mm,microstructures type A, diamètre de choc 3 mm)

Conclusion

Ce chapitre 7 a montré l'influence des conditions de choc, en particulier la fluence laser, les épaisseurs de la cible et le diamètre du choc, sur la décohésion engendrée par l'essai LASAT-2D. Ces trois paramètres sont à considérer avant la réalisation d'un essai LASAT-2D. Les phénomènes observés sont en accord avec les prédictions de la modélisation numérique du chapitre 6. La microstructure de la zircone est aussi à prendre en compte car elle impacte le diamètre de la décohésion.

L'application du LASAT-2D aux barrières thermiques permet bien de distinguer la tenue mécanique de différentes préparations d'interfaces, soit dès leur élaboration, soit à un instant donné de leur vieillissement. Des réseaux de courbes sont mis en place pour chaque préparation. Leur allure logarithmique reproduit les abaques numériques d'isocontraintes. Les adhérences des quatre préparations de barrières thermiques ont été classées, brutes d'élaboration et vieillies pendant 200 cycles.

La comparaison et le déplacement des courbes LASAT-2D après le vieillissement thermique, met en évidence des cinétiques de dégradation par cyclage thermique différentes suivant les préparations d'origine. Par exemple, la préparation III ayant subi un sablage fort de la sous-couche, présente initialement une adhérence excellente, proche de la préparation IV (sous-couche polie). Après le vieillissement thermique, les courbes LASAT-2D révèlent que l'interface de la préparation III s'est fortement dégradée et présente maintenant une adhérence faible par rapport aux échantillons IV.

La comparaison des courbes LASAT-2D avec les abaques obtenus par la modélisation numérique ne permet pas de remonter toujours à la quantification de l'adhérence. La modélisation numérique doit être améliorée afin de mieux représenter les endommagements induits par le LASAT-2D pour les différents états d'interface. Cependant les tendances sont respectées, ce qui est de bon augure pour l'amélioration du modèle numérique.

L'utilisation du cyclage thermique jusqu'à écaillage, pour déterminer la durée de vie, n'est pas exclue par l'essai LASAT-2D. En effet, c'est essai d'adhérence ne permet pas de dire à quel moment l'écaillage va se produire. Par exemple, une barrière thermique avec un sablage fort de la sous-couche (préparation III) apparaît très endommagée après 200 cycles. Elle aura quand même une durée de vie supérieure à une barrière thermique avec un sablage standard (préparation I). Cet avantage de l'essai de cyclage thermique est aussi son point faible car il n'est pas possible d'en estimer la fin. Il peut durer des centaines voire des milliers d'heures.

L'essai LASAT et le cyclage thermique sont donc deux méthodes complémentaires qui permettent de comprendre l'évolution d'une interface avec son vieillissement. La combinaison des deux essais ouvre la perspective de nombreuses études. L'alternance du cyclage thermique et du LASAT-2D apporteront la connaissance de l'évolution de l'adhérence de l'interface avec le vieillissement.

Les résultats de ce chapitre gardent intacts et même renforcent les perspectives industrielles du LASAT-2D. C'est essai permet d'accéder en quelques minutes à la tenue mécanique d'une interface, par le LASAT-2D monotache, et est donc un complément idéal au cyclage thermique. Les résultats confirment aussi l'évolution des tailles des décohésions en fonction des conditions de choc. Cette particularité est intéressante pour la formation par LASAT de défauts de tailles définis, et ensuite leur cyclage jusqu'à écaillage. Ceci renseignera sur la nocivité d'une décohésion et de sa taille sur la durée de vie d'un revêtement. Ces études sont d'autant plus intéressantes que l'essai LASAT est très localisé.

Chapitre 8

Perspectives industrielles du LASAT sur barrières thermiques EB-PVD

Sommaire

Introduction

L'objectif final de cette thèse est de juger la capacité d'industrialiser le LASAT-2D pour le contrôle des barrières thermiques EB-PVD et de proposer des applications. Les résultats obtenus dans l'ensemble des chapitres précédents ne limitent pas, mais au contraire encouragent la mise en place de cet essai à l'échelle industrielle.

Comme pour toute mesure, il faut définir l'incertitude pour vérifier que le LASAT-2D a une résolution suffisamment fine. Ce point sera abordé dans la première partie de ce chapitre en se focalisant sur les principales sources d'erreur et de variation identifiées.

Dans la seconde et la troisième partie, deux applications industrielles sont proposées. Il est en premier présenté la possibilité de qualifier immédiatement des revêtements réalisés en production sur des pièces, à partir d'éprouvettes témoins. L'essai LASAT-2D serait ici en support de la mesure de la durée de vie par cyclage thermique afin de permettre une réactivité immédiate en cas de défaut du processus de production. Cette partie aborde aussi la nocivité de l'essai LASAT sur la durée de vie d'une barrière thermique dans l'optique d'utiliser le choc laser en contrôle semi-non destructif. Il s'agit de vérifier qu'un choc ne produisant aucun défaut détecté par une tache blanche, n'a pas d'influence sur la durée de vie ultérieure du système revêtu.

Enfin le LASAT-2D est appliqué directement sur les pièces de production. Ce dernier point a fait l'objet d'un dépôt de brevet [FJG13]. Cette thèse a présenté jusqu'alors le LASAT-2D en face arrière, c'est-à-dire avec le choc laser appliqué sur la face nue du substrat. Pour les aubes de turbine, la géométrie de la pièce ne permet pas cette configuration. La dernière partie propose une nouvelle approche de choc directement sur le revêtement : le LASAT-2D " face avant ". Des essais sont réalisés sur éprouvettes et sur pièces industrielles.

8.1 Répétabilité et reproductibilité des mesures LASAT-2D

L'essai de choc laser est une mesure de l'adhérence. Le LASAT-2D utilise en plus la mesure des fissures interfaciales par le phénomène de la tache blanche. Cette méthode est donc sujette à un ensemble de variations qui peuvent venir de l'équipement, de l'opérateur ou de l'échantillon. Il est donc nécessaire d'en faire l'étude pour estimer la fiabilité du résultat final obtenu.

8.1.1 Sensibilité de la mesure de la tache blanche

La particularité de l'essai LASAT-2D est basé sur le dimensionnement de la zone fissurée. Dans le cadre des barrières thermiques, le comportement optique de la céramique

permet d'observer la surface décollée via le phénomène de la tache blanche. L'observation et la mesure de cette dernière est une étape sensible. À cause des différences de rendu de la tache blanche entre les échantillons, il n'a pas été mis en place de méthode d'analyse d'image automatisée pour les mesurer. Dans ce paragraphe, la sensibilité de la mesure à l'opérateur est abordée.

Trois taches blanches de tailles différentes ont été sélectionnées sur un échantillon faisant bien ressortir le contraste optique (microstructure A après deux heures à $700°C$ sous air). Pour chaque tache, une mesure de diamètre supérieure et une autre inférieure ont été faites. L'objectif est d'encadrer de façon large l'incertitude dans laquelle l'opérateur peut positionner sa mesure. Les images et les valeurs obtenues sont regroupées dans la figure 8.1.

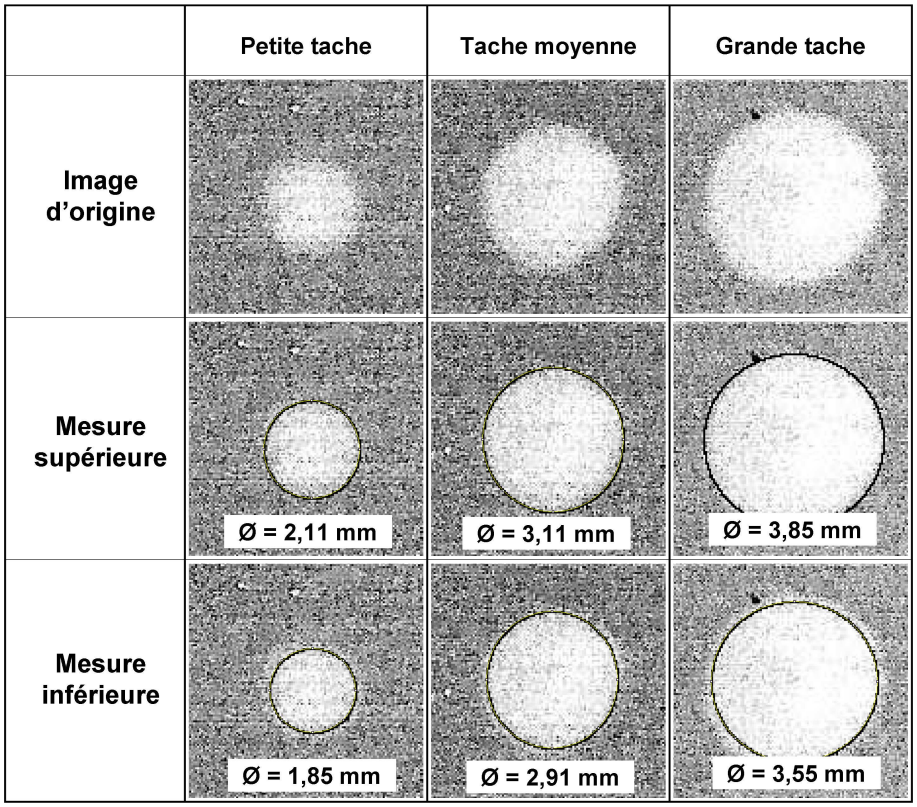


Figure 8.1 – Mesure des taches blanches : domaine d'incertitude de la mesure

Dans les trois cas, la fenêtre de mesure entre le maximum et le minimum est de 0,3 mm, ce qui signifie que d'un opérateur à un autre, l'incertitude maximale en diamètre est de $\pm$ 0,15 mm.

La base de cette variation est le contraste de la tache blanche. Une tache très contrastée se définit par une forte variation de la réflexion optique, et donc de l'intensité lumineuse, sur une faible distance. À l'inverse, une tache diffuse traduit une évolution spatiale progressive de la blancheur de la zircone. Ce dernier cas est défavorable pour l'incertitude de la mesure. Les outils physiques mis en place dans le chapitre 3 et 5, le traitement

thermique de blanchiment et la sélection spectrale pour l'observation de la tache blanche (brevet [FJGG13]), sont deux apports qui réduisent cette incertitude de la mesure de la tache blanche. Pour la suite, un système automatisé d'analyse d'image peut être envisagé afin de réduire maintenant la variation venant de l'opérateur.

Dans cette thèse, le choix a été fait de ne pas afficher les incertitudes de la mesure des taches blanches sur les graphiques car cette valeur est dépendante, de l'échantillon, des opérations qui lui ont été appliquées, de l'acquisition de l'image numérique, des contraste numériques mis en place et de l'opérateur.

8.1.2 Répétabilité des mesures LASAT-2D sur barrière thermique EB-PVD

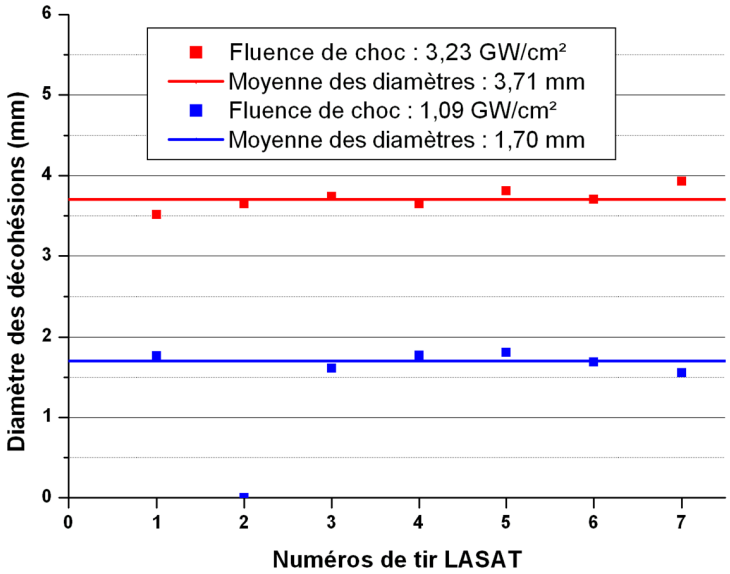
Cette partie consiste à comparer la taille des défauts réalisés par LASAT-2D avec des conditions identiques (méthodologie, opérateur, source et paramètres de choc, méthode de mesure de la tache blanche, échantillon) et pour des mesures réalisées dans un court intervalle de temps. Pour cela, une plaque revêtue de barrière thermique a été positionnée dans l'installation LASAT du CdM. Les conditions de choc (énergie et diamètre laser) ont été figées et une série de choc a été réalisée à suivre sans modifier les paramètres. En revanche, la zone de choc est déplacée d'un tir à l'autre pour interpréter ensuite le diamètre de la décohésion par la tache blanche. La mesure de celle-ci est faite par un même opérateur et à partir d'une unique image optique numérisée avec un contraste renforcé.

Les variations obtenues entre les mesures sont considérées liées uniquement à la variation de l'interface (car l'échantillon est déplacé), et à l'interaction laser-matière en confinement eau.

Pour les conditions de choc, deux domaines d'analyse ont été choisis sur les courbes LASAT-2D pour un diamètre de choc de 3 mm, avec pour chacun, sept tirs laser appliqués. La première condition d'essai se situe proche du "seuil LASAT" de première décohésion, à une fluence laser moyenne de 1,090 $\pm$ 0,005 GW/cm^2. La seconde énergie laser appliquée est de 3,23 $\pm$ 0,02 GW/cm^2, nettement au-dessus du "seuil LASAT".

Les valeurs obtenues sont regroupées sur la figure 8.2. Pour la plus faible fluence laser, le deuxième tir n'a généré aucun défaut. Pour cette série, comme l'énergie laser est proche du seuil LASAT, le risque est qu'une faible variation du choc ou de l'adhérence entraîne le passage sous cette limite d'endommagement. Le choc numéro deux traduit cette variabilité et montre bien le risque de la recherche du seuil dans la méthode LASAT-1D.

Pour la fluence laser la plus élevée, la taille moyenne des décohésions mesurées est de 3,71 $\pm$ 0,11 mm. Dans le cadre des faibles fluences, elle est de 1,70 $\pm$ 0,09 mm. À titre indicatif, dans les deux cas, toutes ces valeurs obtenues se situent dans une bande de 0,5 mm, et plus précisément entre 3,5 mm et 4,0 mm pour une fluence de 3,23 GW/cm^2, et entre 1,5 mm et 2,0 mm pour une fluence de 1,09 GW/cm^2.



(a) Relevés des diamètres des décohésions

Ø de choc : 3 mm		Fluence laser visée : 1,10 GW/cm²	
Fluences réelles des chocs laser			
Nombre de mesures	Moyenne (GW/cm²)	Écart-type (GW/cm²)	Incertitude type
7	1,09	0,005	< 0,5 %
Diamètre des décohésions résultantes			
Nombre de mesures	Moyenne (mm)	Écart-type (mm)	Incertitude type
6	1,7	0,09	5 %

(b) Série proche du seuil LASAT

Ø de choc : 3 mm		Fluence laser visée : 3,25 GW/cm²	
Fluences réelles des chocs laser			
Nombre de mesures	Moyenne (GW/cm²)	Écart-type (GW/cm²)	Incertitude type
7	3,23	0,02	0,6 %
Diamètre des décohésions résultantes			
Nombre de mesures	Moyenne (mm)	Écart-type (mm)	Incertitude type
7	3,71	0,11	3 %

(c) Série éloignée du seuil LASAT

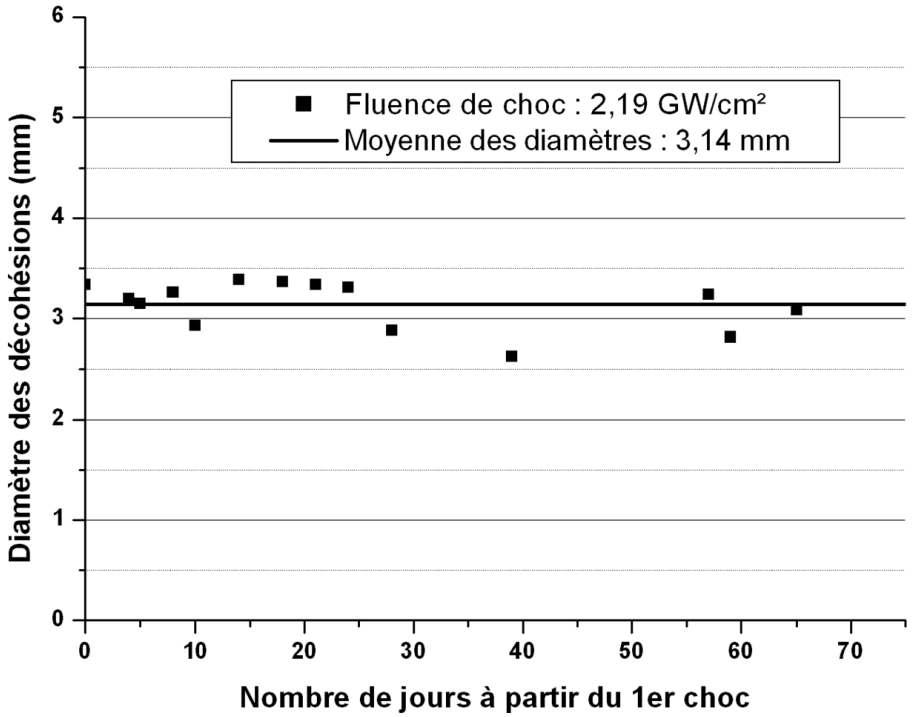
Figure 8.2 – Répétabilité de l'essai LASAT sur une même plaque revêtue de barrière thermique type A, pour deux fluences laser

Ces résultats montrent que l'essai LASAT fournit une répétabilité satisfaisante sur un même échantillon. Cependant, le nombre de mesures reste limité ici pour que l'écart-type soit considéré comme fiable. Par ailleurs, l'essai est sensible également à une variation de l'adhérence locale sur une même éprouvette.

8.1.3 Reproductibilité dans le temps

Dans la partie précédente, les chocs laser sont réalisés successivement sur une même plaque. Ainsi, les variations de l'opérateur dans le réglage du diamètre de choc et de l'énergie laser sont supprimées entre les tirs LASAT. Pour évaluer l'impact de ces étapes sur la reproductibilité de la mesure, une même plaque est choquée sur un intervalle total de deux mois. Le diamètre et la fluence laser de choc visés sont respectivement 3 mm et

2,2 GW/cm^2. Les diamètres des décohésions sont relevés sur la figure 8.3.



(a) Relevés des diamètres des décohésions

Ø de choc : 3 mm		Fluence laser visée : 2,20 GW/cm²	
Fluences réelles des chocs laser			
Nombre de mesures	Moyenne (GW/cm²)	Écart-type (GW/cm²)	Incertitude type
14	2,19	0,02	< 1 %
Diamètre des décohésions résultantes			
Nombre de mesures	Moyenne (mm)	Écart-type (mm)	Incertitude type
14	3,14	0,22	7 %

(b) Données pour les chocs LASAT

Figure 8.3 – Reproductibilité de l'essai LASAT pendant une durée de deux mois sur une même plaque revêtue de barrière thermique type A

La moyenne des diamètres mesurés est de 3,14 $\pm$ 0,22 mm avec un écart-type de 0,22 mm. L'incertitude type est doublée par rapport au cas précédent (figure 8.2(a)) pour lequel les chocs ont été réalisés d'affilés. La fluence moyenne des chocs appliqués est de 2,19 $\pm$ 0,02 GW/cm^2, avec une incertitude type équivalente à l'étude sur des chocs successifs. Donc, la variation accrue du diamètre de décohésion ne peut être imputée à une dispersion des fluences de choc. Sur les deux mois de l'étude, il n'y a pas de dérive des tailles des décohésions mesurées qui ressort car les valeurs sont distribuées autour du diamètre moyen de 3,14 mm. L'augmentation de la dispersion des diamètres des décohésions peut

être causée par différents facteurs comme la variation locale de l'adhérence sur cette plaque, l'erreur sur le réglage manuel de la distance lentille-échantillon, la variation du milieu de confinement ou encore l'état de propreté de la lentille de focalisation.

De manière similaire, les courbes LASAT-2D ont été réalisées sur deux plaques distinctes mais revêtues de la même barrière thermique. Pour un échantillon, tous les tirs LASAT-2D sont réalisés le même jour selon un ordre croissant de la fluence. L'autre échantillon a été choqué sur une durée de deux mois et avec les fluences laser choisies aléatoirement dans le temps.

Les relevés de points présentés sur la figure 8.4 mettent bien en évidence la reproductibilité de l'essai. Que les chocs soient réalisés sur une même journée, ou sur une durée de deux mois, et si les plaques sont élaborées ensemble, les diamètres des décohésions sont équivalents.

Ce résultat est très encourageant car il rend envisageable l'utilisation de l'essai LASAT-2D pour comparer des échantillons issus de plusieurs séries de production dans des conditions supposées identiques. Ceci correspond à une des perspectives industrielles de l'essai LASAT pour de contrôle de revêtements standards sur éprouvettes témoins d'un lot de fabrication.

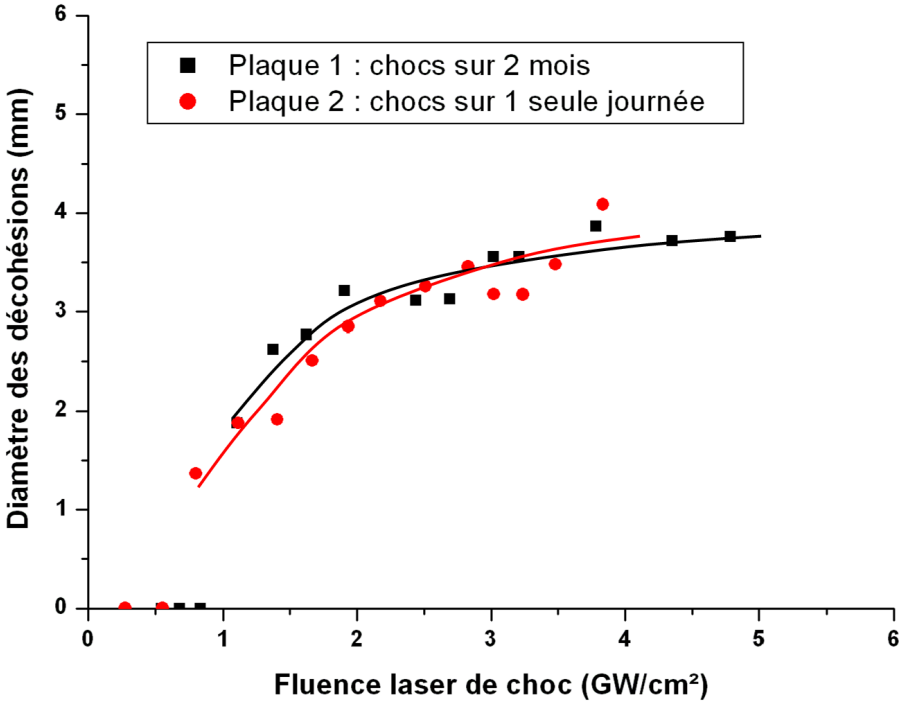


Figure 8.4 – Courbes LASAT-2D sur deux plaques revêtues identiques de barrière thermique EB-PVD

8.2 Suivi de production sur éprouvettes témoins

La reproductibilité de l'essai LASAT est un atout majeur pour comparer ou déterminer l'adhérence de barrières thermiques. Il s'agit maintenant de déterminer quels défauts peuvent être identifiés par le LASAT-2D. Dans ce manuscrit, plusieurs cas ont déjà été évoqués, comme la composition de la sous-couche, son sablage, le vieillissement du système par cyclage thermique ou encore les défauts de croissance dans la couche d'alumine. Ces points sont repris ici pour identifier les perspectives de l'essai LASAT-2D à l'échelle industrielle.

8.2.1 Détection de défauts de préparation de surface

Le paragraphe 7.2.2 a montré la capacité de l'essai LASAT à différencier, à l'état brut d'élaboration, plusieurs préparations de sous-couche. Il est donc possible de détecter des variations nocives pendant les différentes étapes de la préparation d'une barrière thermique. Par exemple, si une erreur dans la pression de sablage, ou dans le type de sable est faite avant l'application de la zircone, la courbe LASAT-2D permettra de la détecter rapidement. En revanche, elle ne saura pas définir l'origine du problème menant à la modification de l'adhérence.

L'essai de cyclage thermique sera quand même être nécessaire à la suite afin de mesurer la nocivité sur la durée de vie de la variation détectée par LASAT-2D. Cependant, à travers l'essai LASAT, la production peut être alertée d'une dérive de son processus immédiatement après la série de chocs laser. Par cyclage thermique, le résultat est obtenu après un mois environ.

8.2.2 Détection de défauts de croissance de la zircone EB-PVD

Dans le cas de chocs sur barrières thermiques brutes d'élaboration, à de fortes fluences laser, des endommagements se sont produits au sein de la couche de zircone pour certains échantillons. Les observations en coupe métallographique montrent que la rupture s'est amorcée et propagée le long de lignes de regermination, induite par une interruption du faisceau d'électron pendant EB-PVD. Ces endommagements générés par LASAT sont présentés dans la partie 3.2 et le paragraphe 4.3.4.

Actuellement, la nocivité de ces défauts est méconnue mais le LASAT révèle bien que sur des revêtements bruts d'élaboration, ils représentent une zone fragile. Cependant, pour des revêtements vieillis par cyclage thermique, il n'a pas été observé de rupture localisée dans ces lignes de regermination. Le cyclage thermique permettrait peut-être de consolider la zone fragile par frittage. Jusqu'à présent, la nocivité de ces lignes de regermination n'est caractérisée qu'en fonction de la chute de température survenue pendant l'interruption du faisceau d'électron d'EB-PVD. Avec le LASAT se présente un outil autorisant la

caractérisation mécanique de ces défauts pour une possible évolution des critères d'acceptabilité. Il semble aussi que le cyclage thermique autorise un élargissement des tolérances pour ces zones fragiles car elles sont estompées par un frittage en cyclage.

8.2.3 Le LASAT-2D semi-non destructif

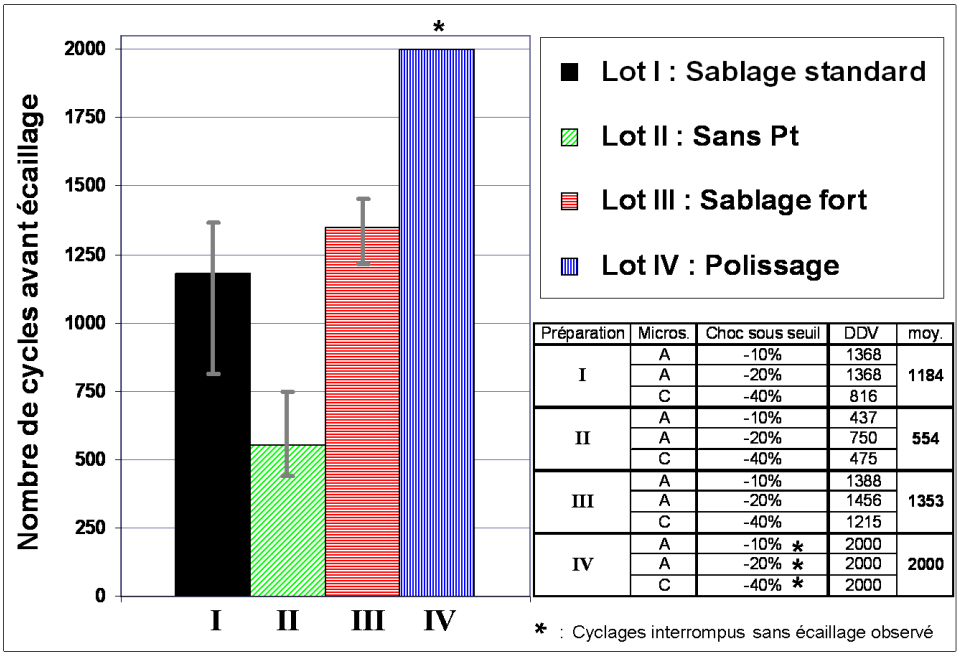
Dans la partie 7.3.2, il a été démontré que les décohésions interfaciales produites par LASAT conduisaient à un abattement de la durée de vie de la barrière thermique. Le nombre d'échantillons disponibles n'a pas permis d'étudier l'influence de la taille des décohésions sur l'écaillage en cyclage thermique.

Un des objectifs de l'essai LASAT est une utilisation en mode de contrôle non destructif, ou plutôt semi-destructif. En effet, il est envisageable de déterminer une adhérence critique en dessous de laquelle un revêtement n'est pas qualifié en production. À partir de cette donnée, le seuil LASAT correspondant peut être déterminé en figeant les conditions d'essai. La méthode "semi-CND" consisterait donc à appliquer un choc par LASAT à cette valeur seuil. Si le dépôt possède une adhérence plus faible, il se décollera et la présence d'une tache blanche sera le témoin direct de sa non conformité. En revanche, si l'adhérence est suffisante, aucune décohésion ne sera générée et la pièce pourra continuer le cycle de production. Cependant, il n'est pas encore démontré qu'un choc LASAT qui ne révèlerait pas de décohésion visible par tache blanche, n'altère pas la durée de vie du dépôt.

Dans cette partie, les quatre préparations de sous-couche notées de I à IV ont été choquées à des valeurs sous le seuil LASAT. Une estimation des seuils LASAT de chacune des préparations a été obtenue au préalable par la série de choc sur barrières thermiques non vieillies. Pour chaque préparation, trois pions ont été choqués. Tous les chocs sont de diamètre 3 mm et sur chaque pion, 7 tirs laser de même fluence ont été appliqués, un à un et répartis sur l'ensemble de la surface. Un pion de microstructure A a subi des choc à 10% en dessous du seuil LASAT, un second pion type A avec des chocs à 20% et enfin, un pion de type C à 40% du seuil.

Les trois pions de chaque préparation ont alors été mis en cyclage thermique. Les résultats des durées de vie sont présentés dans la figure 8.5. La préparation I (sablage de référence) conduit à une durée de vie moyenne de 1184 cycles. La valeur de référence est de 1097 pour des échantillons non choqués (partie 7.3.1). La préparation II sans Pt donne, après choc sans endommagement, une durée de vie moyenne de 554 cycles, supérieure aux 451 cycles de référence. Pour les pions avec un sablage fort de la sous couche (préparation III), la durée de vie est légèrement inférieure après chocs sous seuil avec 1353 cycles contre 1451 sans chocs. Les échantillons polis (préparation IV) et choqués, n'ont pas écaillés même au bout de 2000 cycles.

La comparaison des résultats ne révèle aucune différence significative en durée de vie



Préparation	Micros.	Choc sous seuil	DDV	moy.
I	A	-10%	1368	1184
	A	-20%	1368	
	C	-40%	816	
II	A	-10%	437	554
	A	-20%	750	
	C	-40%	475	
III	A	-10%	1388	1353
	A	-20%	1456	
	C	-40%	1215	
IV	A	-10% *	2000	2000
	A	-20% *	2000	
	C	-40% *	2000	

Figure 8.5 – Durées de vie en cyclage thermique des quatre préparations après LASAT non endommageant (-10%, -20% et -40% sous le seuil LASAT)

entre des pions non choqués et des pions choqués mais sans décohésion formée. Il apparaît donc que le choc LASAT n'altère pas la durée de vie de la barrière thermique s'il ne génère pas de défauts visibles par le phénomène de la tache blanche.

Cette observation est un résultat très encourageant dans le but ultime d'appliquer le LASAT sur pièce en méthode "semi-non destructive" pour rebuter les revêtements avec des interfaces jugées trop faibles.

8.3 Contrôle de l'adhérence sur aube revêtue par LASAT "face avant"

L'essai LASAT sur lequel la thèse est fondée est dit de "face arrière" car le choc laser est appliqué sur la surface opposée au dépôt céramique. Pour les barrières thermiques des aubes de turbines, le revêtement est présent sur l'ensemble de la pale qui est creuse pour être refroidie. Il n'y a donc pas de région où le substrat AM1 est nu, d'une épaisseur millimétrique et avec la barrière thermique sur côté opposé. Le LASAT "face arrière" n'est donc pas transposable sur ces pièces industrielles et concerne uniquement des échantillons témoins.

L'objectif ultime d'un essai d'adhérence reste son utilisation sur pièce. Des études ont été menées pour identifier d'autres configurations autorisant un choc directement du côté de la zircone. Deux approches ont été étudiées sur la base de la connaissance approfondie

des effets 2D. La première est basée sur la poche de traction axiale incidente issue de la superposition des ondes 2D dans l'axe du choc derrière le front de choc principal [CL10]. Le cas idéal exige un diamètre de choc de deux fois l'épaisseur du revêtement. Des tirs expérimentaux réalisés dans des conditions proches n'ont pas permis de produire un endommagement interfacial sur les barrières thermiques. La microstructure colonnaire de la zircone est sans doute à l'origine de cet échec car elle ne favorise pas la propagation des ondes dans la direction transverse à l'axe du choc qui correspond aux ondes 2D. Or, les ondes 2D utilisent cette direction.

La deuxième méthode de LASAT "face avant" envisagée est très similaire au LASAT en "face arrière", mais avec inversion du substrat et du revêtement.

8.3.1 Présentation de la méthode

Les pales de turbines haute pression possèdent des parois minces de l'ordre du millimètre en épaisseur. Il a été montré dans la partie 6.2.1 que l'AM1 ne génère qu'une faible atténuation de l'onde de choc. Dans ce cas, le parcours d'un aller et retour d'une onde de choc peut être envisagé pour endommager le système barrière thermique. L'idée consiste à appliquer l'onde de compression à la surface de la zircone et la laisser traverser le revêtement puis se propager dans le superalliage et se réfléchir en onde de traction à la surface du métal (l'intérieur de l'aube qui est creuse). L'onde de traction réfléchie traverse alors la couche d'AM1 et arrive dans la région fragile de l'alumine. Dans cette configuration, l'onde de choc principale réalise un aller et retour complet dans le substrat. La distance de propagation est donc plus importante qu'en "face arrière". Il est alors nécessaire de vérifier que pour des épaisseurs représentatives des parois des aubes, l'atténuation induite par la distance totale de propagation de l'onde n'est pas trop importante.

Outre l'épaisseur, se pose le problème de l'application du choc et de l'interaction laser-matière. En effet, la zircone est blanche et partiellement transparente ce qui limite l'absorption de l'énergie laser à sa surface. Pour améliorer cela, un ruban adhésif opaque et noir est appliqué à la surface de la barrière thermique. Il permet d'augmenter le rendement de l'interaction laser-matière mais aussi de supprimer le risque d'une ablation en profondeur de la zircone.

Enfin, jusqu'à présent le confinement du plasma de choc à la surface des cibles a toujours été réalisé par de l'eau. La géométrie courbe des aubes ne permet pas de mettre en œuvre aisément cette configuration. Afin de permettre un confinement du plasma, un ruban adhésif transparent a été apposé au dessus du ruban opaque noir dans le cadre de chocs laser sur aubes. La configuration du système pour cette méthode de "face avant" ainsi obtenue est décrite dans la figure 8.6.

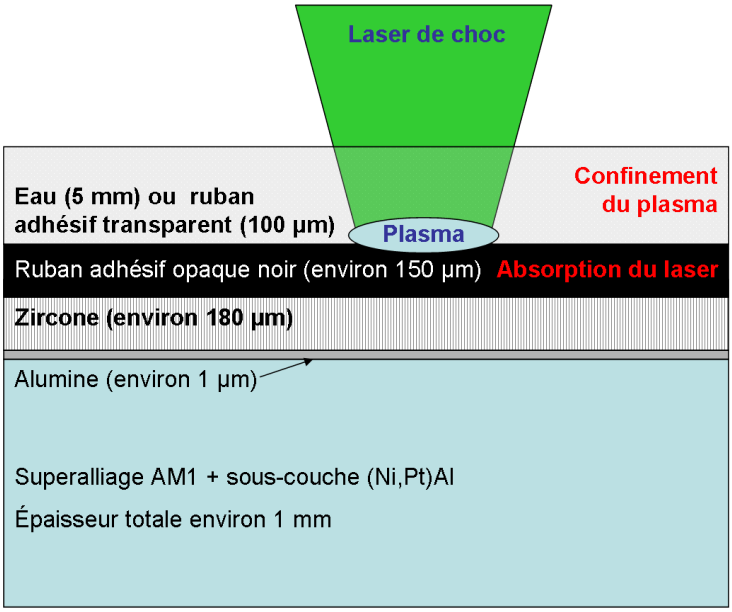


Figure 8.6 – Configuration des milieux pour la réalisation d'un choc LASAT en face avant sur barrière thermique EB-PVD

8.3.2 Application sur éprouvettes amincies

Une plaque revêtue de barrière thermique (type C) a été amincie par rectification du côté du superalliage jusqu'à obtenir une épaisseur totale de 1,15 mm, c'est-à-dire environ la moitié de son épaisseur initiale. L'objectif est de rester dans une configuration de rapport L/d proche en tenant compte de l'aller et retour complet en "face avant" et d'un aller simple en "face arrière". Le diamètre de choc est toujours de 3 mm. Les tirs LASAT-2D sont réalisés sur la zircone revêtue du ruban adhésif opaque noir, et d'un film d'eau de 5 mm en hauteur pour le confinement. Après la série de tirs, le ruban adhésif opaque d'absorption est décollé et la zircone révèle alors des taches blanches, similaires à l'étude en "face arrière". Une observation par image optique numérisée de la zircone en vue de dessus est effectuée pour détecter et mesurer les décohésions par le phénomène de la tache blanche. Les valeurs obtenues sont comparées dans la figure 8.7 aux relevés issus de la méthode en "face arrière" sur une barrière thermique équivalente mais avec une épaisseur de plaque de 2,4 mm.

Les valeurs obtenues en "face avant" sont plus dispersées mais la courbe LASAT-2D respecte néanmoins la tendance asymptotique observée sur l'ensemble de la thèse. La comparaison avec les tirs "face arrière" pour des distances de propagation équivalentes, donne des courbes assez proches. Il est difficile d'approfondir la comparaison car le milieu d'interaction laser-matière et donc, l'intensité du choc et le profil temporel du choc diffèrent. Aussi, l'historique différent de la propagation des ondes modifie la répartition radiale des contraintes le long de l'interface. Deux points essentiels sont à retenir : la possibilité d'endommager et d'obtenir des courbes LASAT-2D en tir "face avant" et l'allure de

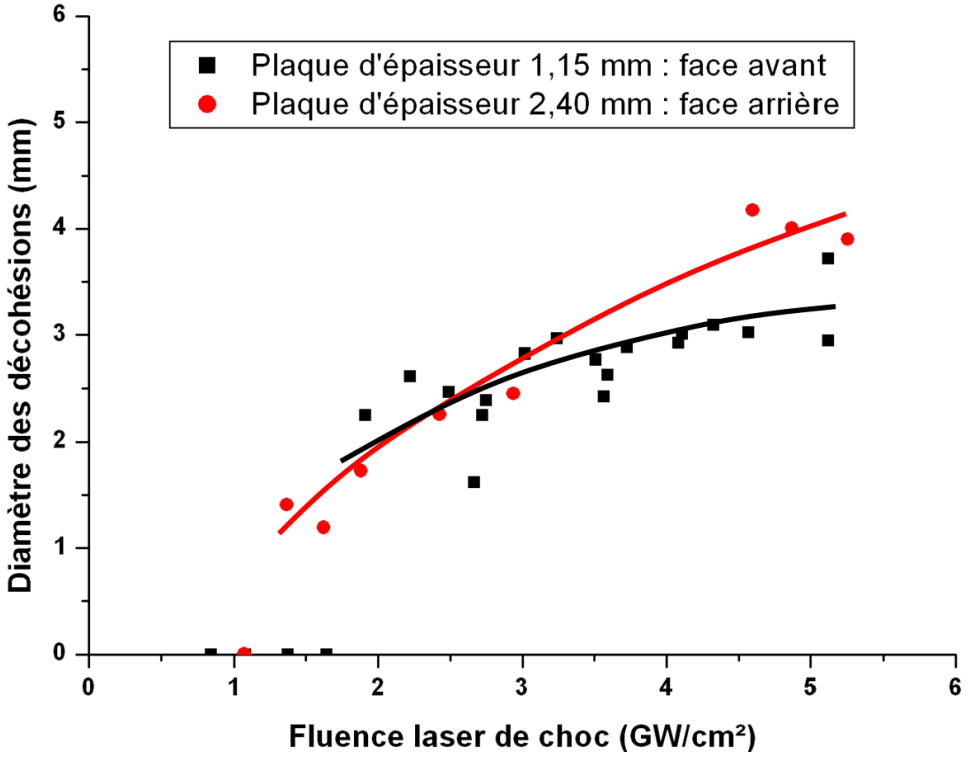


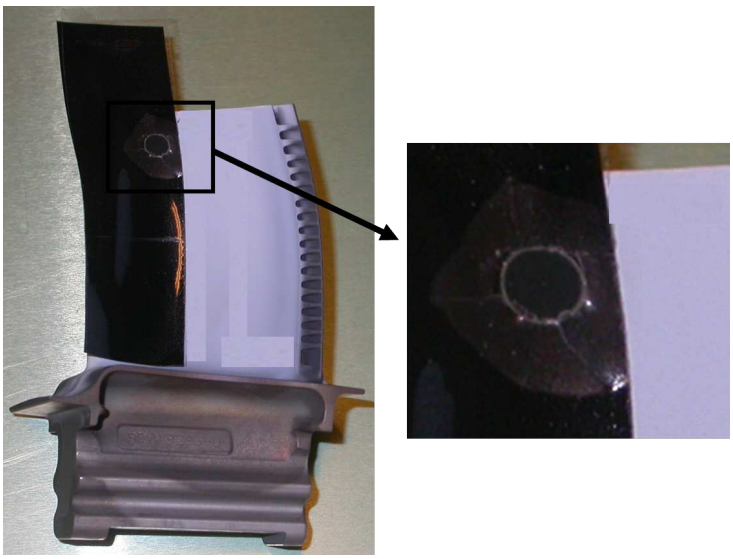
Figure 8.7 – Comparaison des courbes LASAT-2D en "face avant" et en "face arrière" sur des barrières thermiques EB-PVD avec un diamètre de choc 3 mm

ces courbes LASAT-2D proches des courbes en "face arrière". Ces observations sont très encourageantes pour de futurs développements sur le passage de l'essai LASAT sur pièces totalement revêtues mais requièrent une connaissance approfondie de la propagation des ondes de choc et une calibration du choc appliqué avec le ruban adhésif opaque.

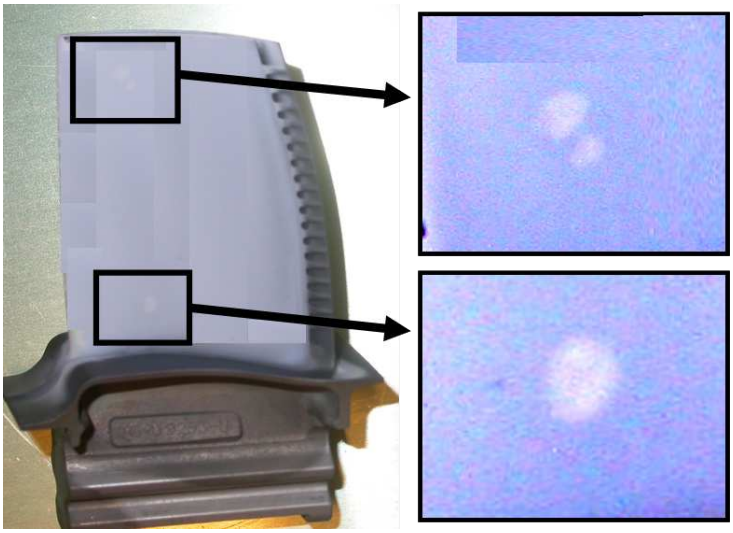
8.3.3 Mise en place de l'essai LASAT sur aube

Pour transposer la méthode de "face avant" directement sur des aubes revêtues, il faut s'affranchir de l'eau comme milieu de confinement à cause de la géométrie courbée des pièces. Du ruban adhésif transparent a été employé en remplacement, en l'appliquant directement sur le ruban opaque d'absorption. Pendant le choc, ce ruban transparent est détruit par le plasma sur la zone d'interaction et aux abords de cette zone des décollements surviennent (Fig. 8.8(a)). Après enlèvement des milieux de confinement et d'ablation, dans certains cas correspondants aux fortes fluences laser, des taches blanches sont bien visibles dans la zircone (Fig. 8.8(b)). Le phénomène optique révélant la décohésion interfaciale est donc également avéré sur les aubes. Ces essais préliminaires ont été réalisés dans l'intrados et aussi l'extrados de plusieurs aubes rebutées. Les mêmes défauts qu'en face arrière sont observés : les taches blanches ; les écailles entourées d'une tache blanche ; et dans certains cas une rupture dans l'épaisseur de la zircone. En revanche, comme cela est visible sur la

tache blanche supérieure de la figure 8.8(b), il y a aussi des cas avec des taches divisées (doubles). La structure intérieure de l'aube est constituée de surépaisseurs, de renforts et de parois perpendiculaires. Il est probable que la tache blanche divisée en deux soit à cheval sur une de ces zones qui possède une surépaisseur en superalliage. Ainsi, l'onde de choc est modifiée localement et probablement atténuée.



(a) Impact laser sur les milieux d'absorption et de confinement

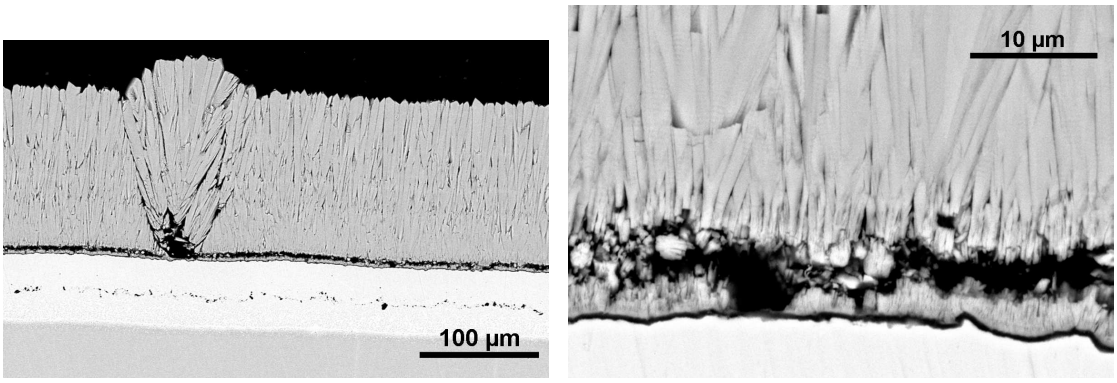


(b) Taches blanches représentant les décohésions de la zircone

Figure 8.8 – Réalisation de choc LASAT en face avant sur aube de turbine

8.3.4 Observation de l'endommagement par LASAT en "face avant" sur aube

Les taches blanches sur aubes après choc laser ont été observées en coupes métallographiques au MEB. Pour chaque cas où la blancheur de la zircone a été rehaussée après



(a) Vue d'ensemble du revêtement (b) Rupture à l'interface alumine/zircone

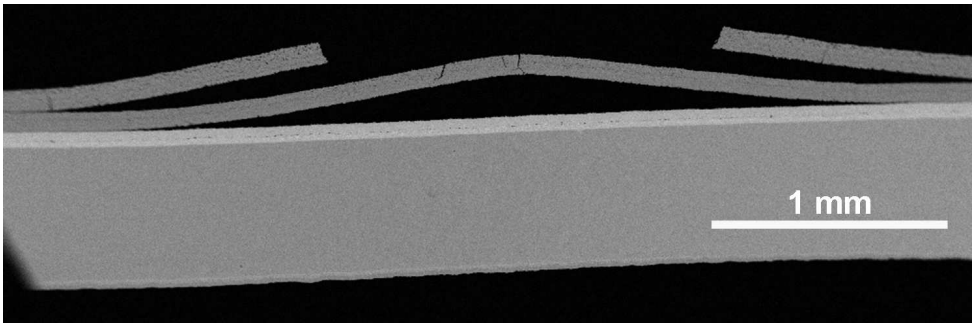
Figure 8.9 – Observations métallographiques MEB en électrons rétrodiffusés d'une tache blanche après LASAT "face avant" sur aube revêtue

LASAT, la coupe métallographique montre des fissures soit à l'interface alumine/zircone, soit dans la zircone (cas de la rupture intracolonnaire), soit les deux simultanément (Fig. 8.9(a)). Sur une première pale, les endommagements étaient localisés toujours à l'interface zircone/alumine, et plus précisément dans les premiers micromètres de la zircone (Fig. 8.9(b)).

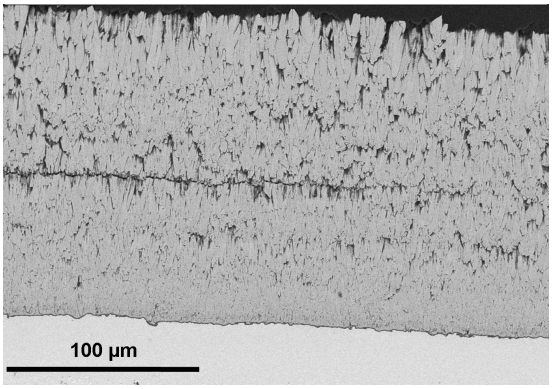
L'onde de choc appliquée sur la zircone se réfléchie en onde de traction à la surface libre interne. Après le parcours inverse, elle passe l'interface alumine/zircone et la rompt. Dans le cas d'un tir en "face arrière", l'onde de traction réfléchie traverse la zircone, puis l'alumine et enfin l'AM1 et la rupture se fait principalement entre la zircone et l'alumine, qui est la première interface rencontrée. Pour un essai LASAT en "face avant", l'ordre de passage de l'onde de traction est inverse, c'est-à-dire l'AM1, puis l'alumine et enfin la zircone. Mais dans ce cas également la rupture interfaciale est très majoritairement entre l'alumine et la zircone. Ceci tend à prouver que cette interface est bien la plus fragile en sollicitation dynamique, et que la rupture préférentielle n'est pas induite par le sens de parcours des ondes.

Pour une autre aube, dans certains cas les taches blanches montraient en vue de dessus des écaillages partiels voire complets avec une marche. Ces faciès d'endommagement ont déjà été observés en tir en "face arrière" sur éprouvettes (paragraphe 4.3.4). L'écaillage est un phénomène produit pour les fortes fluences, mais la rupture au sein de la zircone révèlerait par contre un défaut de croissance dans la céramique. Pour cette pièce particulière, dans la plupart des taches blanches après LASAT, la longueur de la fissure intracolonnaire est plus grande que la décohésion interfaciale (Fig. 8.10(a)).

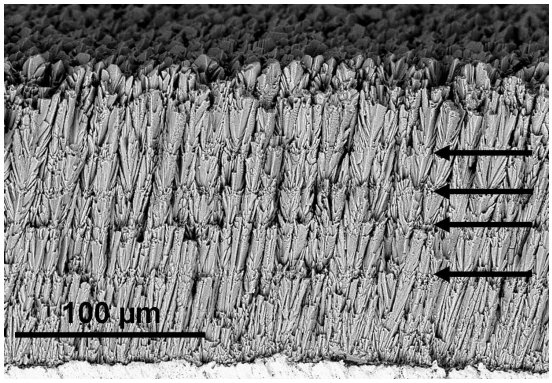
Les coupes métallographiques et fractographiques montrent que la fissure interne à la zircone s'est bien propagée le long d'un défaut de croissance (Fig. 8.10(b)). L'examen fractographique de la structure colonnaire de la zircone met en évidence quatre paliers de



(a) Vue d'ensemble du revêtement



(b) Rupture intracolonnaire



(c) Fractographie de la structure colonnaire

Figure 8.10 – Observations métallographique et fractographique MEB BSE d'une tache blanche après LASAT "face avant" sur aube revêtue dans le cas d'une double rupture

regermination, indiqués par des flèches sur la figure 8.10(c). La fissuration est localisée sur celui situé plutôt au milieu de l'épaisseur de la zircone et qui apparait le plus distinctement sur la fractographie. Cette ligne de regermination doit probablement être plus fragile que les autres. Pour mener à terme la compréhension du comportement sous choc et la création de fissures multiples, il reste à connaître l'historique des ondes. En effet, si deux fissures majeures se produisent, l'une à l'interface alumine/zircone et l'autre dans la zircone, le parcours des ondes et leur transmission d'une couche à une autre est stoppée dès la création d'un endommagement. M. Boustie a évoqué cette question pour des chocs en "face arrière" sur des dépôts plasma d'alumine [BARJ02]. Cependant, dans le cas du "face avant" sur barrière thermique, l'interface alumine/zircone est traversée en premier par l'onde de choc principale en traction.

Conclusion

Ce chapitre a conservé, validé et même élargi les perspectives du LASAT-2D sur les barrières thermiques. En effet, les essais de reproductibilité montrent que la mesure de la tache est responsable d'une incertitude inférieure à 0,15 mm. Il est en plus possible d'améliorer encore ce dimensionnement en favorisant le contraste par une imagerie à sélection spectrale. Sur un même échantillon, une analyse de la répétabilité donne un écart type proche de 0,1 mm. En cas d'étude de la reproductibilité dans le temps, cet écart type est doublé. Ces valeurs donnent un ordre de grandeur mais il sera nécessaire d'approfondir cette analyse avec un nombre plus conséquent de mesures. Elles démontrent néanmoins une précision très intéressante.

La capacité du LASAT-2D de différencier des préparations de barrières thermiques mais aussi des défauts de croissance pendant le cycle de déposition par EB-PVD confirme les espoirs à l'origine de cette thèse. Les courbes LASAT-2D sont dissociables suivant les préparations de surface de la sous-couche et aussi suivant la composition de cette dernière.

La mise en place de l'essai LASAT en "face avant", sur éprouvette et même sur aubes revêtues a démontré des résultats similaires au LASAT-2D en "face arrière " présenté tout le long de ce manuscrit. L'ensemble des résultats obtenus et méthodologies mises en place sont donc transposables à ce nouveau LASAT-2D en " face avant ". Ces observations encourageantes ont conduit à la mise en place d'une seconde thèse CIFRE fin 2011 pour étudier justement l'application du LASAT-2D sur pièce de production.

L'essai LASAT non destructif est sérieusement envisagé suite aux résultats de ce chapitre. L'objectif est donc d'appliquer un choc seuil afin d'endommager seulement les revêtements qui possèdent une adhérence insuffisante. Les pièces non conformes sont alors détectées par la formation de la tache blanche. Par exemple, l'essai LASAT est très sensible à la rugosité, il permettra alors de détecter des défauts de sablage. Les pièces conformes, qui ne présentent pas de tache blanche, peuvent être mises en service, car il a été démontré que si aucun défaut n'est détecté, la durée de vie de la barrière thermique n'est pas modifiée par le précédent choc laser. Cet essai LASAT ne consiste pas en une mesure mais à un contrôle de l'adhérence qui, après les résultats de LASAT en "face avant ", peut être envisagé sur pièce.

Conclusion générale et perspectives

Ce mémoire a présenté les premiers travaux pour la mise en place de l'essai LASAT sur des barrières thermiques aéronautiques avec une couche de zircone appliquée par EB-PVD. Les tailles des décohésions formées par les ondes de chocs sont le point central de la thèse, permettant la mise en place d'un LASAT-2D et une exploitation rapide et simplifiée de cet essai d'adhérence.

La formation après LASAT de taches blanches dans la couche de zircone EB-PVD, traduit une augmentation locale de la réflectance pour les longueurs d'onde supérieures à 500 nm. L'étude du comportement optique de ces revêtements colonnaires combinée à la piézospectroscopie et la profilométrie montre bien que ces taches blanches sont la trace directe des décohésions interfaciales formées par le choc laser. Des outils et méthodes optiques ont été proposés et mis en place afin d'élaborer un contrôle non destructif pour rechercher et mesurer des décohésions générées par LASAT. Il est envisagé une méthode d'imagerie, durant laquelle différentes longueurs d'ondes sont utilisées afin d'optimiser la pénétration de la lumière dans la zircone jusqu'aux interfaces critiques de l'alumine. L'image alors obtenue peut encore être améliorée en ajustant les contrastes. Il est alors possible de dimensionner les défauts. Ces techniques optiques peuvent être transposées à toutes les démarches des contrôles industriels de la délamination des couches céramiques dans les barrières thermiques EB-PVD y compris pour des cas sur pièces après des temps de vol. C'est une perspective très prometteuse d'un moyen simple de contrôle non destructif qui a fait l'objet d'un brevet [FJGG13]. Cependant, en fonction des familles de zircone définies durant cette thèse, les propriétés optiques permettent, ou non, d'observer directement l'étendue de la surface sur laquelle la zircone est détachée de l'alumine. Les structures colonnaires utilisées industriellement (famille A, B et C) sont heureusement les plus favorables à l'observation de la tache blanche. En effet, des structures de dépôts originales (D et E), constitués aussi de colonnes, sont moins favorables au phénomène optique que les structures usuelles dites "en sapin". La réponse optique de la zircone est aussi dépendante de son équilibre stœchiométrique. Une zircone sous-stœchiométrie en oxygène, présentera une couleur grisâtre, dans laquelle la lumière ne pourra que difficilement se propager et n'atteindra pas une éventuelle fissure interfaciale. Un traitement thermique sous air pendant quelques heures à 700°C est suffisant pour rééquilibrer la teneur en oxygène de la zircone et lui redonner un comportement optique optimal pour l'observation des taches blanches.

La taille des décohésions peut être abordée par d'autres approches, comme la déformation par flambage de la zircone ou aussi la relaxation des contraintes dans la couche d'alumine. Les bombés générés sur les zones décollées traduisent les contraintes internes dans le revêtement. Pour les faibles diamètres de décohésion, le cloquage n'apparait pas. En augmentant l'étendue du défaut interfacial, et indépendamment des conditions de choc, la hauteur du bombé augmente avec une allure exponentielle. Cette évolution n'est pas en accord avec les observations habituelles dans les études mécaniques des cloques

de films minces. Un approfondissement est nécessaire pour identifier l'origine de cette différence.

La formation de la fissure par l'onde de choc permet aussi l'atténuation des contraintes dans la couche d'alumine. La piézospectroscopie utilise justement les contraintes internes qui modifient la fluorescence d'ions de chrome trivalent présents dans l'alumine. L'analyse du signal de fluorescence permet de cartographier un échantillon et de détecter des variations sur l'ensemble de la surface. Les scans ont ainsi mis en évidence les défauts similaires aux taches blanches en formes et en dimensions. De plus, des traces circulaires invisibles par tache blanche sur les zircones de type D et E sont détectées par cette technique. La piézospectroscopie permet de mesurer aussi les contraintes dans l'alumine (méthode spectrale). Malgré la richesse des informations fournies par cette technologie, son coût et son temps de mise en œuvre et de dépouillement ne permettent pas d'envisager une industrialisation à court terme.

Pour comprendre les différences observées entre les échantillons, que ce soit dans la qualité de l'observation des décohésions ou dans la taille des défauts obtenus, une caractérisation poussée a été nécessaire sur les microstructures colonnaires et aussi sur les interfaces. Les familles de microstructures colonnaires mettent en évidence différents régimes de croissance du dépôt EB-PVD. Leur évolution pendant le cyclage thermique doit être considérée. L'essai LASAT a montré que le frittage qui se produit avec le vieillissement permet de rendre moins fragiles les colonnes. Ce résultat mécanique est appuyé par les observations microstructurales, en particulier à la base de la zircone où les filaments disparaissent pour donner naissance à un unique bloc de zircone.

Le rôle de la sous-couche, et plus précisément du Pt qu'elle contient et de sa rugosité avant application de la zircone a aussi été étudiée. Les interfaces de l'alumine sont les zones critiques, dont l'évolution avec le cyclage thermique entraine la formation de fissures et de cavités. Ces défauts sont responsables de l'écaillage d'une barrière thermique pour des vieillissements poussés. L'essai LASAT rompt les mêmes interfaces endommagées par le cyclage thermique. Cette particularité renforce la crédibilité du LASAT pour mesurer l'adhérence de ces revêtements.

Le cas des barrières thermiques, et en particulier le phénomène de la tache blanche, a permis une nouvelle approche appelée LASAT-2D. Déjà évoquée dans des travaux précédents, elle est enfin mise en place totalement grâce au comportement optique de la zircone. La méthodologie du LASAT-2D consiste à s'intéresser à la taille des décohésions pour des conditions de choc figées. Seule la fluence laser est modifiée. Il est alors obtenue une courbe qui révèle l'évolution des diamètres des décohésions en fonction de la fluence laser. C'est la courbe LASAT-2D. Pour un même type d'échantillon, cette courbe donne une reproductibilité encourageante pour une industrialisation de l'essai. De plus, elle permet de détecter des différences de sablage et de composition dans la sous-couche, par un décalage des courbes LASAT-2D. Aussi, il est possible de suivre la dégradation

d'une préparation de barrière thermique en fonction du cyclage thermique. Il a ainsi été mis en évidence que durant les 200 premiers cycles thermiques, une sous-couche avec une forte rugosité initiale se fragilise plus vite qu'une sous-couche avec un sablage standard. Cependant, cette évolution n'est pas continue. Afin de mieux comprendre les vitesses de dégradation des différents systèmes de barrière thermique, une combinaison du cyclage thermique et du choc laser est déjà envisagée.

L'approche quantitative avec l'aide de la simulation numérique est également introduite avec succès en utilisant le code Abaqus/Explicit avec la prise en compte de l'anisotropie du substrat AM1 et de la zircone. L'allure des courbes LASAT-2D peut être prédite en relation avec la connaissance approfondie des ondes 1D et 2D qui contribuent au profil de contraintes appliquées à l'interface. Ceci permet de préconiser des conditions pour un essai multitaches visant à tracer des courbes expérimentales LASAT-2D et à les comparer entre elles ou avec des abaques de contraintes associés à un seuil de rupture. Un essai monotache est bien envisageable mais doit être approfondi, notamment pour les cas avec vieillissement à haute température ou l'allure des courbes LASAT-2D n'est pas actuellement bien modélisées. Les limites actuelles du calcul proviennent probablement des modifications subies à l'interface (croissance de la couche d'oxyde, augmentation de la rugosité et création de cavités et de fissures) qui ne sont pas prises en comptes.

Ces résultats ne permettent pas d'entrevoir un remplacement de l'essai de référence, le cyclage thermique, par le LASAT-2D en face arrière car ce dernier n'apporte qu'une information sur la résistance à la fissuration de l'interface alumine-zircone à un instant donné de la vie de la barrière thermique. Le LASAT ne permet en aucun cas de prédire la durée de vie du revêtement. En revanche, il est un outil complémentaire du cyclage thermique, avec l'avantage d'une simplicité et d'une rapidité de mise en œuvre non rencontrées jusqu'à présent.

Ce manuscrit concerne l'essai LASAT-2D, ici avec le choc appliqué sur la face nue du substrat, sur les barrières thermiques EB-PVD Afin d'envisager sa mise en place sur des pièces entièrement revêtues, des essais ont été réalisés en " face avant ". Le choc laser a été appliqué du côté de la zircone. Les mêmes endommagements et comportements que le face arrière ont été faits avec cette nouvelle configuration de choc. Ce LASAT en face avant a pu être appliqué sur des aubes. L'objectif maintenant est de transposer et d'approfondir les résultats de cette thèse à l'essai LASAT en face avant afin d'envisager un contrôle directement sur des aubes revêtues.

Bibliographie

[ABR+01] E. AUROUX, M. BOUSTIE, J. P. ROMAIN, D. BERTHEAU, P. PEYRE, L. BERTHE et E. BARTNICKI : Debonding study of Ni-base substrate/Pt coatings interfaces using laser shock waves : characterization of the targets and experimental study. *Surface and Coatings Technology*, 138(2):269–277, 2001.

[ARR04] Michel ARRIGONI : *Étude de l'influence des rugosités d'interfaces, de porosités et de l'épaisseur d'échantillon sur la propagation des chocs laser dans les systèmes revêtus.* Thèse de doctorat, ENSMA-Poitiers, 2004.

[AWX04] P. S. ANDERSON, X. WANG et P. XIAO : Impedance spectroscopy study of plasma sprayed and EB-PVD thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 185(1):106–119, 2004.

[BAB+01] M. BOUSTIE, M. ARRIGONI, L. BERTHE, C. BOLIS, E. BARTNICKI, M. JEANDIN et S. BARRADAS : Diagnostic de décohésion de couche mince par mesure VISAR. *Rapport LULI 2001*, 2001.

[BAR04] Sophie BARRADAS : *Étude à l'aide du choc laser des mécanismes d'adhérence aux interfaces cuivre/aluminium et cuivre/cuivre obtenues par projection thermique.* Thèse de doctorat, MINES-ParisTech, 2004.

[BARJ02] M. BOUSTIE, E. AUROUX, J. P. ROMAIN et M. JEANDIN : Effects of inside spallation of a coating on the debonding of its interface with a substrate subjected to a laser shock. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 14:10839, 2002.

[BBB+07] C. BOLIS, L. BERTHE, M. BOUSTIE, M. ARRIGONI, S. BARRADAS et M. JEANDIN : Physical approach to adhesion testing using laser-driven shock waves. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 40:3155–3163, 2007.

[BER01] Jeremy BERNIER : Evolution and characterization of partially stabilized zirconia (7wt% Y_2O_3) Thermal Barrier Coatings deposited by Electron Beam Physical Vapor Deposition. Mémoire de D.E.A., Worcester Polytechnic Institute, 2001.

[BIC98] Anny BICKARD : *Endommagement sous sollicitations thermiques et mécaniques d'une barrière thermique et d'un aluminuire de nickel déposés sur un superalliage monocristallin.* Thèse de doctorat, MINES-ParisTech, 1998.

[BJV+05] J.W. BYEON, B. JAYARAJ, S. VISHWESARAIAH, S. RHEE, V.H. DESAI et Y.H. SOHN : Non-destructive evaluation of degradation in multilayered thermal barrier coatings by electrochemical impedance spectroscopy. *Materials Science and Engineering : A*, 407(1-2):213–225, 2005.

[BMEH00] M.R. BEGLEY, D.R. MUMM, A.G. EVANS et J.W. HUTCHINSON : Analysis of a wedge impression test for measuring the interface toughness between films/coatings and ductile substrates. *Acta Materialia*, 48(12):3211–3220, 2000.

[BOL04] Cyril BOLIS : *Étude numérique et expérimentale de la séparation par chocs brefs d'interface de revêtements multi-couches. Application au test d'adhérence par chocs laser.* Thèse de doctorat, ENSMA-Poitiers, 2004.

[BOU08] Michel BOUSTIE : Chocs et matériaux (en ligne). Cours université de Bordeaux, 15p, http ://www.ilp.u-bordeaux1.fr/images/pdf/formations/Boustie.pdf, consulté le 26/08/2008.

[BQ06] E. BUSSO et Z. QIAN : Mechanistic study of microcracking in transversaly isotropic ceramic-metal systems. *Acta Materialia*, 54:325–338, 2006.

[BV01] J.L. BEUTH et A. VASINONTA : Measurement of interfacial toughness in thermal barrier coating systems by indentation. *Engineering Fracture Mechanics*, 68(7):843–860, 2001.

[CAR05] Pierre CARON : *À propos des superalliages à base de nickel.* Habilitation à diriger des recherches, Université Paris–Sud XI – UFR Scientifique d'Orsay, 2005.

[CGB+04] C. COUPEAU, P. GOUDEAU, L. BEALLIARD, M. GEORGE, N. TAMURA, F. CLEYMAND, J. COLIN, B. PERRIN et J. GRILHE : Evidence of plastic damage in thin films around buckling structures. *Thin Solid Films*, 469:221–226, 2004.

[CHE99] S. R. CHOI, J. W HUTCHINSON et A. G. EVANS : Delamination of multilayer thermal barrier coatings. *Mechanics of Materials*, 31:431–447, 1999.

[CHS+04] X. CHEN, M. Y. HE, I. SPITSBERG, N. A. FLECK, J. W. HUTCHINSON et A. G. EVANS : Mechanisms governing the high temperature erosion of thermal barrier coatings. *Wear*, 256(7-8):735–746, 2004.

[CJGB98] M. CHEN, H. JORDAN, M. GELL et B. BARBER : Thermal residual stress in an electron beam-physical vapor deposited thermal barrier coating system. *Acta Materialia*, 46:5839–5850, 1998.

[CK99] P. CARON et T. KHAN : Evolution of ni-based superalloys for single crystals gas turbine blade applications. *Aerospace Science and Technology*, 3:513–523, 1999.

[CL10] Jean-Paul CUQ-LELANDAIS : *Étude du comportement dynamique de matériaux sous choc laser sub-picoseconde.* Thèse de doctorat, ENSMA-Poitiers, 2010.

[COG00] Jacques COGNARD : *Science et technologie du collage.* Presses polytechniques et universitaires romandes, 2000.

[CWY+03] X. CHEN, R. WANG, N. YAO, A. G. EVANS, J. W. HUTCHINSON et R. W. BRUCE : Foreign object damage in a thermal barrier system : mechanisms and simulations. *Materials Science and Engineering : A*, 352(1-2):221–231, 2003.

[DCHM09] V. Déneux, Y. Cadoret, S. Hervier et D. Monceau : Effect of water vapor on the spallation of thermal barrier coating systems during laboratory cyclic oxidation testing. *Oxidation of Metals*, 73(1-2):83–93, 2009.

[DEB07] Vincent DEBOUT : *Contribution à l'étude des propriétés optiques de dépôts plasma de zircone yttriée : Influences de leurs caractéristiques microstructurales et physico-chimiques.* Thèse de doctorat, Université de Limoges, 2007.

[DXX07] L. DENG, Y. XIONG et P. XIAO : Modelling and experimental study of impedance spectra of electron beam physical vapour deposition thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 201(18):7755–7763, 2007.

[ECL08] A.G. EVANS, D.R. CLARKE et C.G. LEVI : The influence of oxides on the performance of advanced gas turbines. *Journal of the European Ceramic Society*, 28:1405–1419, 2008.

[EMH+01] A.G. EVANS, D.R. MUMM, J.W. HUTCHINSON, G.H. MEIER et F.S. PETTIT : Mechanisms controlling the durability of thermal barrier coatings. *Progress in Materials Science*, 46:505–553, 2001.

[FGJ+12] G. FABRE, V. GUIPONT, M. JEANDIN, F. PASSILLY, F. LEPOUTRE et J.Y. GUEDOU : Assesment of interfacial crack in EB-PVD thermal barrier coating combining laser shock adhesion test (LASAT) and photoluminescence piezospectroscopy. *HTCPM'8 - 8th international symposium on high-temperature corrosion and protection of materials*, Les Embiez, 2012.

[FJG13] G. FABRE, M. JEANDIN et V. GUIPONT : Method for determination of adhesion of layer of ceramic thermal barrier i.e. zirconia layer, formed on substrate involves searching for image representative of area of possible separation between ceramic layer and substrate. Brevet FR 2 979 015 (A1) et FR 2 979 015 (B1), 15/02/2013.

[FJGG13] G. FABRE, M. JEANDIN, V. GUIPONT et J.-Y. GUEDOU : Method for detecting the appearance of debonding in a transparent ceramic coating layer formed on a substrate. Extension internationale en cours. Brevet FR 2 979 014 (A1), FR 2 979 014 (B1) et WO 2013 021134, 15/02/2013.

[FKT+08] A. FEUERSTEIN, J. KNAPP, T. TAYLOR, A. ASHARY, A. BOLCAVAGE et N. HITCHMAN : Technical and economical aspects of current thermal barrier coating systems for gas turbine engines by thermal spray and EBPVD : a review. *Journal of Thermal Spray Technology*, 17(2):199–213, 2008.

[FRA09] Julien FRACHON : *Multiscale approach to predict the lifetime of EB-PVD Thermal Barrier Coatings.* Thèse de doctorat, MINES-ParisTech, 2009.

[FSC+05] B. FRANKE, Y.H. SOHN, X. CHEN, J.R. PRICE et Z. MUTASIM : Monitoring damage evolution in thermal barrier coatings with thermal wave imaging. *Surface and Coatings Technology*, 200(5-6):1292–1297, 2005.

[GJB+10] V. GUIPONT, M. JEANDIN, S. BANSARD, K.A. KHOR, M. NIVARD, L. BERTHE, J.P. CUQ-LELANDAIS et M. BOUSTIE : Bond strength determination of hydroxyapatite coatings on Ti-6Al-4V substrates using the LAser Shock Adhesion Test (LASAT). *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 95A(4):1096–1104, 2010.

[GJV+99] M. GELL, E. JORDAN, K. VAIDYANATHAN, K. McCARRON, B. BARBER, Y.H. SOHN et V.K. TOLPYGO : Bond strength, bond stress and spallation mechanisms of thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 120:53–60, 1999.

[GK06] S. GUO et Y. KAGAWA : Effect of thermal exposure on hardness and young's modulus of EB-PVD yttria-partially-stabilized zirconia thermal barrier coatings. *Ceramics International*, 32(3):263–270, 2006.

[GMKK05] S.Q. GUO, D.R. MUMM, A.M. KARLSSON et Y. KAGAWA : Measurement of interfacial shear mechanical properties in thermal barrier coating systems by a barb pullout method. *Scripta materialia*, 53(9):1043–1048, 2005.

[GUE10] Serge GUETTA : *Influence des conditions d'impact sur l'adhérence de cuivre projeté dynamiquement sur de l'aluminium.* Thèse de doctorat, Mines Paristech, 2010.

[HPZW07] J.A. HAYNES, B.A. PINT, Y. ZHANG et I.G. WRIGHT : Comparison of the cyclic oxidation behavior of β-NiAl, β-NiPtAl and γ-γ' NiPtAl coatings on various superalloys. *Surface and Coatings Technology*, 202(4-7):730–734, 2007.

[IUC+06] R. IKEDA, T. UCHIYAMA, H. CHO, T. OGAWA et M. TAKEMOTO : An advanced method for measuring the residual stress of deposited film uti-

lizing laser spallation technique. *Science and Technology of Advanced Materials*, 7:90–96, 2006.

[KXE02] A. M. KARLSSON, T. XU et A. G. EVANS : The effect of the thermal barrier coating on the displacement instability in thermal barrier systems. *Acta Materialia*, 50(5):1211–1218, 2002.

[MAR06] Nicolas MARCHAL : *Propagation de fissure en fatigue-fluage à haute température de superalliages monocristallins à base de nickel.* Thèse de doctorat, Mines Paristech, 2006.

[MD69] B.A. MOVCHAN et A.V. DEMCHISHIN : Study of the structure and properties of thick vacuum condensates of nickel, titanium, tungsten, and aluminium oxide and zirconium dioxide. *Fiz. Metal. Metalloved.*, 28(4):83–90, 1969.

[MDBR11] V. MAURELL, P. DE BODMAN et L. REMY : Influence of substrate strain anisotropy in TBC system failure. *Surface and Coatings Technology*, 206(7):1634–1639, 2011.

[ME00] D. R. MUMM et A. G. EVANS : On the role of imperfections in the failure of a thermal barrier coating made by electron beam deposition. *Acta Materialia*, 48(8):1815–1827, 2000.

[MES01] D.R. MUMM, A.G. EVANS et I.T. SPITSBERG : Characterization of a cyclic displacement instability for a thermally grown oxide in a thermal barrier system. *Acta Materialia*, 49:2329–2340, 2001.

[MKL+12] M. S. MAJEWSKI, C. KELLEY, J. LAKE, M. W. RENFRO, W. HASSAN, W. BRINDLEY et E. H. JORDAN : Stress measurements via photoluminescence piezospectroscopy on engine run thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 206(11–12):2751–2758, 2012.

[MRC+07] S. MARINETTI, D. ROBBA, F. CERNUSCHI, P.G. BISON et E. GRINZATO : Thermographic inspection of TBC coated gas turbine blades : Discrimination between coating over-thicknesses and adhesion defects. *Infrared Physics & Technology*, 49(3):281–285, 2007.

[MTY11] J. P. McDONALD, M.D. THOULESS et S. M. YALISOVE : Mechanics analysis of femtosecond laser-induced blisters produced in thermally grown oxide on si(100). *Journal of Materials Research*, 25:1087–1095, 2011.

[NC05] G. NEWAZ et X. CHEN : Progressive damage assessment in thermal barrier coatings using thermal wave imaging technique. *Surface and Coatings Technology*, 190(1):7–14, 2005.

[PHZ10] B.A. PINT, J.A. HAYNES et Y. ZHANG : Effect of superalloy substrate and bond coating on TBC lifetime. *Surface and Coatings Technology*, 205(5): 1236–1240, 2010.

[REV10] Nicolas REVUZ : *Étude de l'endommagement d'un superalliage monocristallin à base de nickel induit par microperçage laser milliseconde.* Thèse de doctorat, Mines Paristech, 2010.

[SG10] J. L. SMIALEK et A. GARG : A compendium of scale surface microstructures : Ni(Pt)Al coatings oxidized at 1150 ◦ C for 2000 1-h cycles. *NASA*, 2010.

[SMI08] James L. SMIALEK : Enigmatic moisture effects on Al2O3 scale and TBC adhesion. *NASA*, NASA/TM-2008-215206, 2008.

[SMI09] James L. SMIALEK : Moisture-induced delayed alumina scale spallation on a ni(Pt)Al coating. *NASA*, NASA/TM-2009-215664, 2009.

[SMI10] James L. SMIALEK : Moisture-induced alumina scale spallation : the hydrogen factor. *NASA*, NASA/TM-2010-216260, 2010.

[SMI11] James L. SMIALEK : Moisture-induced TBC spallation on turbine blade samples. *Surface and Coatings Technology*, 206(7):1577–1585, 2011.

[SOL02] Arnaud SOLLIER : *Étude des plasma générés par interaction laser-matière en régime confiné. Application au traitement des matériaux par choc laser.* Thèse de doctorat, Université de Versaille Saint-Quentin-En-Yvelines, 2002.

[SRJB07] T. STRANGMAN, D. RAYBOULD, A. JAMEELL et W. BAKER : Damage mechanisms, life prediction, and development of EB-PVD thermal barrier coatings for turbine airfoils. *Surface and Coatings Technology*, 202(4-7):658–664, 2007.

[SS00] U. SCHULZ et M. SCHMUCKER : Microstructure of ZrO2 thermal barrier coatings applied by EB-PVD. *Materials Science and Engineering A*, 276(1-2):1–8, 2000.

[SSV+00] Y. H. SOHN, K. SCHLICHTING, K. VAIDYANATHAN, E. JORDAN et M. GELLL : Nondestructive evaluation of residual stress for thermal barrier coated turbine blades by cr3+ photoluminescence piezospectroscopy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31(9):2388–2391, 2000.

[SVLM09] J. SNIEZEWSKI, V. VIDAL, P. LOURS et Y. LE MAOULT : Thermal barrier coatings adherence and spallation : Interfacial indentation resistance and cyclic oxidation behaviour under thermal gradient. *Surface and Coatings Technology*, 204(6-7):807–811, 2009.

[SXJ+05] S. SRIDHARAN, L. XIE, E. H JORDAN, M. GELL et K. S. MURPHY : Damage evolution in an electron beam physical vapor deposited thermal barrier coating as a function of cycle temperature and time. *Materials Science and Engineering A*, 393(1–2):51–62, 2005.

[TER01] Scott Gregory TERRY : *Evolution of microstructure during the growth of Thermal Barrier Coatings by Electron-Beam Physical Vapor Deposition.* Thèse de doctorat, University of California, Santa Barbara, 2001.

[TER06] Nicolas TERRIEN : *Détection de défauts d'interfaces dur des structures aéronautiques par ondes guidées.* Thèse de doctorat, Université Paris 7, 2006.

[THE07] Pierre-Yvan THERY : *Adhérence de barrières thermiques pour aube de turbine avec couche de liaison β-(Ni,Pt)Al ou β-NiAl(Zr).* Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier, 2007.

[TPDB07] P.-Y. THERY, M. POULAIN, M. DUPEUX et M. BRACCINI : Adhesion energy of a YPSZ EB-PVD layer in two thermal barrier coating systems. *Surface and Coatings Technology*, 202(4-7):648–652, 2007.

[VIA04] Nadia VIALAS : *Étude de la déterioration par oxydation haute température et interdiffusion de systèmes revêtements-superalliage à base de nickel. Prévison de durée de vie.* Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2004.

[VM07] N. VIALAS et D. MONCEAU : Substrate effect on the high temperature oxidation behavior of a Pt-modified aluminide coating. Part II : Long-term cyclic-oxidation tests at 1050○ C. *Oxidation of Metals*, 68(5-6):223–242, 2007.

[WE99] P. K. WRIGHT et A. G. EVANS : Mechanisms governing the performance of thermal barrier coatings. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 4(3):255–265, 1999.

[WJG06] M. WEN, E. H JORDAN et M. GELL : Analysis of localized damage in EB-PVD/(Ni, pt) al thermal barrier coatings. *Surface & Coatings Technology*, 200(18-19):5193–5202, 2006.

[WKHR08] R.T. WU, K. KAWAGISHI, H. HARADA et R.C. REED : The retention of thermal barrier coating systems on single-crystal superalloys : Effects of substrate composition. *Acta Materialia*, 56(14):3622–3629, 2008.

[WR08] R.T. WU et R.C. REED : On the compatibility of single crystal superalloys with a thermal barrier coating system. *Acta Materialia*, 56(3):313–323, 2008.

[WTCA12] X. WANG, S. TINT, M. CHIU et A. ATKINSON : Stiffness of free-standing thermal barrier coating top coats measured by bending tests. *Acta Materialia*, 60(8):3247–3258, 2012.

[WWA12] X. WANG, C. WANG et A. ATKINSON : Interface fracture toughness in thermal barrier coatings by cross-sectional indentation. *Acta Materialia*, 60(17):6152–6163, 2012.

[YMP02] N. M. YANAR, G. H. MEIER et F. S. PETTIT : The influence of platinum on the failure of EBPVD YSZ TBCs on NiCoCrAlY bond coats. *Scripta materialia*, 46(4):325–330, 2002.

[YPM06] N.M. YANAR, F.S. PETTIT et G.H. MEIER : Failure characteristics during cyclic oxidation of yttria stabilized zirconia thermal barrier coatings deposited via electron beam physical vapor deposition on platinum aluminide and on NiCoCrAlY bond coats with processing modifications for improved performances. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(5):1563–1580, 2006.

[ZLR+11] X. ZHAO, J. LIU, D.S. RICKERBY, R.J. JONES et P. XIAO : Evolution of interfacial toughness of a thermal barrier system with a pt-diffused γ/γ' bond coat. *Acta Materialia*, 59(16):6401–6411, 2011.

[ZX07] X. ZHAO et P. XIAO : Focus effect of photoluminescence piezospectroscopy and its influence on the stress measurement of thermally grown oxide in thermal barrier coatings. *Scripta Materialia*, 57:683–686, 2007.

[ZZG+06] C. ZHANG, C. ZHOU, S. GONG, H. LI et H. XU : Evaluation of thermal barrier coating exposed to different oxygen partial pressure environments by impedance spectroscopy. *Surface and Coatings Technology*, 201(1-2):446–451, 2006.

Publications et Communications

G. BEGUE, G. FABRE, V. GUIPONT, M. JEANDIN, P. BILHE, F. LEPOUTRE, J.-Y. GUEDOU. *LAser Shock Adhesion Test LASAT of EB-PVD TBCs : Towards an industrial application.* Surface and Coatings Technology, In Press, Corrected Proof, Available online

G. FABRE, V. GUIPONT, M. JEANDIN, F. PASSILLY, F. LEPOUTRE, J.-Y. GUEDOU. *Assessment of interfacial crack in EB-PVD thermal barrier coating combining laser shock adhesion test (LASAT) and photoluminescence piezospectroscopy.* HTCPM'8 - 8th international symposium on high-temperature corrosion and protection of materials, Mai 2012, Les Embiez, France. 9 p.

G. FABRE, V. GUIPONT, M. JEANDIN, M. BOUSTIE, J.P. CUQ-LELANDAIS, L. BERTHE, A. PASQUET et J.Y. GUEDOU. *LAser Shock Adhesion Test (LASAT) of Electron Beam Physical Vapor Deposited Thermal Barrier Coatings (EB-PVD TBCs). Advanced Materials Research*, 2011, 278, pp. 509-514.

G. FABRE, V. GUIPONT, M. JEANDIN, A. PASQUET et J-Y GUEDOU, *Interfacial strength measurements of oxidized EB-PVD thermal barrier coating interfaces by the LAser Shock Adhesion Test (LASAT)*, Presenté à International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films (ICMCTF), 2-6 Mai 2011, San Diego, CA, USA.

G. FABRE, V. GUIPONT, M. JEANDIN, F. PASSILY, T. MAFFREN, A. PASQUET et J.Y. GUEDOU, *Non-destructive assessment by photo-stimulated luminescence of EB-PVD thermal barrier coatings damaged by laser shock spallation*, Presenté à International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films (ICMCTF), 2-6 Mai 2011, San Diego, CA, USA.

G. FABRE, V. GUIPONT, M. JEANDIN, M. BOUSTIE, J.P. CUQ-LELANDAIS, L. BERTHE, A. PASQUET et J.Y. GUEDOU. *Étude par choc laser de l'adhérence de barrières thermiques aéronautiques*, Matériaux 2010, Oct 2010, Nantes, France. Fédération

française des matériaux, Matériaux 2010, 9 p.

G. FABRE, V. GUIPONT, M. JEANDIN, M. BOUSTIE, J.P. CUQ-LELANDAIS, L. BERTHE, J.Y. GUEDOU, et A. PASQUET, *LASAT applied to EB-PVD TBCs for aeronautical applications*, Presenté à l'European Symposium on Superalloys and their Application (EuroSuperalloys 2010), 25-28 Mai 2010, Wildbad Kreuth, Germany.

Brevets :

Grégory FABRE, Michel JEANDIN, Vincent GUIPONT et Jean-Yves GUEDOU. *Procédé de détermination de l'apparition de décohésions dans une couche de revêtement de céramique transparente formée sur un substrat.* France, n° de publication FR 2 979 014, 15/02/2013. Extension internationale en cours, n° WO 2013 021134

Grégory FABRE, Michel JEANDIN et Vincent GUIPONT. *Procédé de détermination de l'adhérence d'une couche de barrière thermique en céramique formée sur un substrat par l'application d'une impulsion laser côté barrière thermique.* France, n° de publication FR 2 979 015, 15/02/2013.

Influence des propriétés optiques et de l'endommagement de barrières thermiques EB-PVD pour la mesure d'adhérence par choc laser LASAT-2D

Résumé : Les barrières thermiques avec zircone EB-PVD pour les turbines aéronautiques sont soumises à des conditions extrêmes qui conduisent à l'écaillage du dépôt. La prévention de leur endommagement est donc nécessaire pour assurer l'intégrité des pièces. Afin de comprendre et de reproduire leur évolution dans une turbine, les barrières thermiques actuelles sont soumises à des essais longs de cyclage thermique. L'essai LASAT est un essai d'adhérence rapide à mettre en œuvre qui se place en complément du cyclage thermique. L'impulsion laser appliquée sur la face nue de l'AM1 génère une onde de choc de compression qui se propage jusqu'à la surface libre de la zircone. La réflexion forme une onde de traction qui effectue le trajet inverse et peut rompre les interfaces qu'elle traverse. Le décohésion génère une tache blanche dans la zircone directement visible à l'œil. Ce phénomène optique est élucidé en relation avec la microstructure de la zircone et la présence d'une fissure à l'interface. Pour connaitre le potentiel de l'essai, une large gamme d'échantillons avec différentes orientations du superalliage, quatre préparations de sous-couche, cinq microstructures de zircone et deux vieillissements thermiques ont été utilisés. Leur caractérisation a permis de les classer et de comparer leurs évolutions et leurs endommagements par cyclage thermique ou par LASAT. Le dimensionnement des fissures interfaciales par des méthodes non destructives a été réalisé par piézospectroscopie en exploitant les cartographies associées au signal de fluorescence, par profilométrie et à partir de la tache blanche. Une approche simple et innovante exploitant et optimisant le comportement optique de la zircone est mise en place. Les tailles des fissures relevées ont mis en évidence le rôle des ondes 2D et permis la réalisation de l'essai LASAT-2D. Ici, ce n'est plus l'apparition de la fissure qui est recherchée, mais sa taille qui peut directement informer de l'adhérence à partir d'un seul choc laser. La modélisation numérique a confirmé le rôle de ces ondes 2D et leur potentiel d'utilisation par des abaques LASAT-2D. Ces courbes permettent de distinguer différentes préparations de barrières thermiques brutes d'élaboration ou vieillies. Un protocole complet est ainsi fourni pour le contrôle, la mesure et le suivi de la tenue mécanique de barrières thermiques sur des éprouvettes usuelles industrielles. Dans des essais complémentaires, le LASAT-2D a été appliqué en "face avant", avec le choc coté zircone, sur des éprouvettes et des pièces industrielles. Les mêmes tendances que pour le LASAT-2D développé dans cette thèse sont observées. Ceci autorise la perspective de l'application de cet essai et de cette méthodologie sur des formes complexes et fermées, telles les aubes de turbine.

Mots clés : Barrières thermiques EB-PVD, LASAT-2D, adhérence, endommagements, CND

Influence of optical properties and of the damaging of EB-PVD thermal barrier coatings for the measurement of adhesion by laser shock LASAT-2D

Abstract: EB-PVD thermal barrier coatings used in aircraft turbines are subjected to extreme conditions that lead to their spallation. To ensure the integrity of the parts, it's necessary to prevent coating damages. In order to understand and reproduce their evolution in a turbine, current thermal barrier coatings are subjected to long thermal cycling. The LASAT is a rapid adhesion test that could complement the thermal cycling. The laser pulse applied to the AM1 face generates a compressive shock wave which propagates towards the free surface of the zirconia. The reflection of this wave generates a tensile shock wave which can damage the interface and create a white spot in zirconia top coat. To determine the potential of the test, a wide range of samples with different superalloy orientations, bondcoat preparations, zirconia microstructures and thermal aging were used. Characterizations were carrying out to classify and compare their evolution and their damage by thermal cycling or LASAT. The size of interfacial cracks by non-destructive tests was achieved by piezospectroscopie maps associated with the fluorescent temporal signal, by profilometry and from the white spot. A simple and innovative approach by optimizing the optical behavior of zirconia is developed. These results highlight the role of 2D waves and allow the realization of the test LASAT-2D. Here, it is not the appearance of the crack that is looking for, but its size, which can directly inform about the mechanical adhesion from a single laser shock. Numerical modeling has confirmed the influence of 2D shock waves and their potential using LASAT-2D charts. These curves are used to distinguish different preparations of thermal barrier coatings as produced and after thermal aging. A complete protocol is thus provided for monitoring, measuring and determine the interface strength of thermal barrier coatings on industrial specimens. On further testing, LASAT-2D was applied directly on the coating of specimens and industrial parts. The same results as for the 2D-LASAT developed in this thesis are observed. This allows the prospect of the application of this test and the methodology on complex and closed shapes, such as turbine blades.

Keywords: EB-PVD thermal barrier coatings, LASAT-2D, mechanical adhesion, damage, NDT

MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY